PATENT APPLICATION

NITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the Application of

Manabu SERIZAWA et al.

Application No.: 10/627,801

Filed: July 28, 2003

Docket No.: 116689

For:

TONER HAVING SPECIFIC RELATION BETWEEN ABSORPTION SOECTRA, AND

DEVELOPER, IMAGE FORMING METHOD AND IMAGE FORMING APPARATUS

USING THE SAME

CLAIM FOR PRIORITY

Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified patent application and the priority provided in 35 U.S.C. §119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2002-328091 filed on November 12, 2002 In support of this claim, a certified copy of said original foreign application:

is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. §119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

James A. Oliff

Registration No. 27,075

Thomas J. Pardini

Registration No. 30,411

JAO:TJP/mlo

Date: December 9, 2003

OLIFF & BERRIDGE, PLC P.O. Box 19928 Alexandria, Virginia 22320 Telephone: (703) 836-6400

DEPOSIT ACCOUNT USE AUTHORIZATION Please grant any extension necessary for entry; Charge any fee due to our Deposit Account No. 15-0461

日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

2002年11月12日

出願番号 Application Number:

特願2002-328091

[ST. 10/C]:

[JP2002-328091]

出 願 Applicant(s):

人

富士ゼロックス株式会社

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2003年10月31日





【書類名】 特許願

【整理番号】 FE02-01447

【提出日】 平成14年11月12日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G03G 9/08

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株

式会社内

【氏名】 芹澤 学

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株

式会社内

【氏名】 柳田 和彦

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株

式会社内

【氏名】 谷口 秀一

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株

式会社内

【氏名】 藤井 隆寿

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株

式会社内

【氏名】 高橋 栄美

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株

式会社内

【氏名】 松村 保雄

【特許出願人】

【識別番号】

000005496

【氏名又は名称】

富士ゼロックス株式会社

【代理人】

【識別番号】

100079049

【弁理士】

【氏名又は名称】

中島 淳

【電話番号】

03-3357-5171

【選任した代理人】

【識別番号】

100084995

【弁理士】

【氏名又は名称】

加藤 和詳

【電話番号】

03-3357-5171

【選任した代理人】

【識別番号】

100085279

【弁理士】

【氏名又は名称】

西元 勝一

【電話番号】

03-3357-5171

【選任した代理人】

【識別番号】

100099025

【弁理士】

【氏名又は名称】

福田 浩志

【電話番号】

03-3357-5171

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

006839

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9503326

【包括委任状番号】 9503325

【包括委任状番号】 9503322

【包括委任状番号】 9503324

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 静電潜像現像用トナー、静電潜像現像剤、及び画像形成方法【特許請求の範囲】

【請求項1】 波数領域が $400~4000~c~m^{-1}$ の範囲の赤外吸収スペクトルにおいて複数の吸収ピークを示し、該複数の吸収ピークのうち、最大の吸収ピークが $500~800~c~m^{-1}$ の範囲の波数領域に存在し、かつ、該最大の吸収ピークの強度をP1、2番目に大きい吸収ピークの強度をP2としたとき、P1及びP2が下記式(1)の関係を満たすことを特徴とする静電潜像現像用トナー。

1. $6 \le P 1 / P 2 \le 6$. 0 · · · 式 (1)

【請求項2】 定着部材の表面温度が t \mathbb{C} のときの定着画像の光沢度をG (t)、前記表面温度が t-20 \mathbb{C} のときの定着画像の光沢度をG (t-20)、前記表面温度が t+20 \mathbb{C} のときの定着画像の光沢度をG (t+20) としたとき、G (t)、G (t-20)、及びG (t+20)が下記式 (t)の関係を満たすことを特徴とする請求項1に記載の静電潜像現像用トナー。

$$0 \le [G(t+20) - G(t)] / [G(t) - G(t-20)] \le 0.8$$
· · · 式(2)

【請求項3】 トナーとして請求項1に記載の電子写真用トナーを用いたことを特徴とする静電潜像現像剤。

【請求項4】 静電潜像担持体表面に静電潜像を形成する静電潜像形成工程、現像剤担持体表面の現像剤により前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程、前記トナー画像を被記録体表面に転写する転写工程、及び前記トナー画像を被記録体表面に定着する定着工程を含む画像形成方法であって、前記現像剤として請求項3に記載の静電潜像現像剤を用いたことを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

 $[0\ 0\ 0\ 1]$

【発明の属する技術分野】

本発明は、小型、低消費電力で、高速機の定着器を使用した場合における画像

の平滑性、高光沢度、耐オフセット性に優れ、電子写真法等による画像形成の際 に好適に用いられる静電荷像現像用トナー、及びそれを用いた画像形成方法に関 する。

[0002]

【従来の技術】

電子写真法等のように、静電潜像を経て画像情報を可視化する方法は、現在各種の分野で広く利用されている。前記電子写真法においては、帯電工程、露光工程等を経て感光体表面の静電潜像を現像し、転写工程、定着工程等を経て前記静電潜像が可視化される。

[0003]

前記電子写真法において、帯電工程、露光工程等により感光体表面の静電潜像を静電潜像現像用トナー(以下、単に「トナー」という場合がある)で現像し、転写工程を経た用紙等の被記録体表面のトナーは、定着工程において高温の定着部材により加熱されることで溶融し、前記被記録体表面へ定着される。定着工程では、前記定着部材によりトナーだけでなく、被記録体も必要温度以上に加熱されないと、トナーは被記録体表面には定着されないことが知られている。

$[0\ 0\ 0\ 4]$

上記被記録体の加熱が不十分であると、前記定着部材からの加熱によりトナーだけが溶融し、定着部材へ付着するいわゆるコールドオフセットが発生する。また、加熱が十分すぎるとトナーの粘度が低下して、定着トナー層の一部または全部が定着部材側に付着するいわゆるホットオフセットが発生する。したがって、定着部材からの加熱により前記コールドオフセットと前記ホットオフセットとが共に発生しない定着領域の確保が必要である。

[0005]

前記定着工程においては、定着時に高温の定着部材から被記録体への熱移動、 被記録体に含有される水分等の揮発物の蒸発潜熱等により、定着部材の表面温度 は、定着部材に本来設定されている温度に比べより低温になる。通常の場合は設 定温度との差に応じて、定着部材が再度加熱され、設定温度に戻るものであるが 、例えば連続定着等の場合、定着部材表面からの熱放出が、定着部材表面への熱 供給よりも大きいために、定着部材表面の温度は低下してしまう。

[0006]

また、近年同一画像形成装置で使用する用紙の種類を増加させた、いわゆる汎用性が求められている。この場合、前述のように定着部材の表面温度は、用紙の坪量の増加に伴って設定温度に比べさらに低温になる。そのため、前記設定温度と定着部材の表面温度との差はより大きくなる傾向がある。

[0007]

この問題を解決するために、例えば定着部材表面への熱供給量を増加させたり、定着部材表面の温度センサーをより高感度にする等の方法があるが、これらの方法はより高コストになる等の問題があり一般的でない。したがって、定着時の定着部材の表面温度は設定温度に対し常に変化している。

[0008]

一方、近年のカラー化への要求により、カラートナーにはより高い発色性、混色性及び高光沢が求められる。これらの特性を別々に制御するのは困難であり、これらの特性が低下すると色再現性が低下し画像の信頼性も低下する。定着部材の表面温度は前記のように絶えず変化し、用紙の坪量の増加により定着部材の表面温度はさらに下がる傾向にあるため、カラートナーの定着画像の安定性、とりわけ光沢度に対する安定性の確保は困難になる傾向にある。したがって、高光沢を維持しつつ、かつ用紙の選択性の広いカラートナーが求められている。

[0009]

定着画像において高光沢度を得るために、例えば、樹脂の分子量分布を狭くする方法が提案されており(例えば、特許文献1、2参照)、一般的には樹脂の組成を均一にする等の手段によりシャープメルト性を持たせ、より低い定着温度でより高光沢を得ることが可能であることから、にはポリエステルをトナー用樹脂として用いる例が開示されている(例えば、特許文献3参照)。

[0010]

一般にポリエステル系樹脂は、樹脂を構成する分子の側鎖部分が短く、該側鎖部分の熱運動を無視することができるため、実質的に分子の主鎖部分の熱運動の みが樹脂の熱運動に対応するためシャープメルトになる。しかしながら、トナー に該シャープメルト性を持たせる場合、あまり低温度で溶融してはトナーの保存性に問題が生じ、トナー粒子間でブロッキングを生じてしまい好ましくない。逆に、あまり高温度で溶融しても定着画像に高光沢が得られないため好ましくない。

[0011]

さらに、上記ポリエステル樹脂を用いたトナーは、帯電性の制御が困難になり 易く、例えば夏環境と冬環境では帯電性が大きく変わる傾向がある。無機酸化物 の微粒子を表面に付着させ、上記環境に対する帯電性変化を制御する方法もある が、初期的にはよいものの、現像剤としての使用中にトナー表面の該無機酸化物 の微粒子がトナー表面に埋め込まれたり、あるいは表面から脱落ししたりしたり して、トナー表面が樹脂そのものの影響を受けやすくなるため該帯電性の制御は 困難である。

[0012]

近年、粒子の形状及び表面組成を意図的に制御したトナーを製造する手段として、乳化重合凝集法が提案されている(例えば、特許文献4、5参照)。該乳化重合凝集法は、乳化重合により樹脂分散液を作製し、一方で、溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散液を作製し、これらを混合してトナー粒径に相当する凝集粒子を形成させた後、加熱することによって融合し、トナー粒子を得る方法である。この乳化重合凝集法によると、加熱温度条件を選択することにより、トナー形状を不定形から球形まで任意に制御することが可能である。

[0013]

さらに、重合性単量体を着色剤、離型材等とともに水系媒体中に分散、懸濁させ、その後重合させることによりトナーを作製する、いわゆる懸濁重合法が提案され、例えば、離型剤であるワックスをバインダー樹脂でくるんだ多層構造を持つトナーの製造方法が提案されている(例えば、特許文献 6 、7 参照)。

これらの方法によれば、作製されるトナー粒子の粒度分布を狭くすることができるため、高画質化が可能であり、同時に従来の混錬粉砕法ではトナーの作製が不可能であった低分子量領域及び/または高分子量領域のトナーを作製することができる。

[0014]

したがって、樹脂中への着色剤等の添加剤を安定に分散させる観点から樹脂の 分子量の下限は決まっており、前述の主鎖の熱運動はより高温度領域で生じるこ ととなっていたため、前記シャープメルト性を得ることは困難であった従来の混 錬粉砕法トナーに比べ、前記方法では、より小さい分子量領域でのトナー作製が 可能となり、分子鎖中の側鎖と主鎖との熱運動に対する温度差が小さくなるため 、よりシャープメルト性を持たせることができる。

また、光沢度の温度に対する変化率を規定することにより定着時の光沢度むら を制御し、高画質画像を得る方法も提案されている(例えば、特許文献8参照)

[0015]

しかし、これらの方法は優れたトナーを得ることができるものの、実際シャープメルト性を持たせるためにはある程度小さい分子量が必要であって、分子量を減少させるには、重合時に重合開始剤量を増加させる必要がある。この場合、重合の分子量制御が困難になり易く、結果的に必要なシャープメルト性を得ることは困難であった。

[0016]

また、分子量を低下させるためには、水系媒体中で分散安定剤として少量の界面活性剤を添加する方法があるものの、該界面活性剤を添加した場合、帯電制御が困難になる傾向があるだけでなく、洗浄工程も複雑になる傾向があり好ましくない。

したがって、定着時のシャープメルト性と帯電性、及び保存性のバランスの取れたトナーへの要求が高まっている。

[0017]

【特許文献1】

特開平5-158282号公報

【特許文献 2】

特開平8-015909号公報

【特許文献3】

特開平10-097098号公報

【特許文献4】

特開昭 6 3 - 2 8 2 7 5 2 号公報

【特許文献5】

特開平6-250439号公報

【特許文献 6 】

特開平8-044111号公報

【特許文献7】

特開平8-286416号公報

【特許文献8】

特開2000-250258号公報

[0018]

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記従来技術の問題点を解決することを目的とする。

すなわち本発明は、静電潜像現像用トナー、特に乳化重合法、懸濁重合法を用いて作製されたフルカラートナーに関し、定着時の光沢が高く、かつ被記録体(用紙)内、被記録体間の画像の光沢度差が少なく、定着可能な温度領域の広い高光沢なトナー及び現像剤を提供することを目的とする。また、本発明は、高画質で信頼性の高いフルカラー画像を容易にかつ簡便に形成することのできる画像形成方法を提供することを目的とする。

[0019]

【課題を解決するための手段】

上記課題は、以下の本発明により達成される。すなわち本発明は、

<1> 波数領域が $400~4000~c~m^{-1}$ の範囲の赤外吸収スペクトルにおいて複数の吸収ピークを示し、該複数の吸収ピークのうち、最大の吸収ピークが $500~800~c~m^{-1}$ の範囲の波数領域に存在し、かつ、該最大の吸収ピークの強度をP1、2番目に大きい吸収ピークの強度をP2としたとき、P1及びP2が下記式(1)の関係を満たすことを特徴とする静電潜像現像用トナーである。

1. $6 \le P 1 / P 2 \le 6$. 0 · · · 式 (1)

[0020]

<2> 定着部材の表面温度が t $^{\circ}$ Cのときの定着画像の光沢度をG(t)、前記表面温度が t $^{\circ}$ Cのときの定着画像の光沢度をG(t $^{\circ}$ 2 0 $^{\circ}$ Cのときの定着画像の光沢度をG(t $^{\circ}$ 2 0 $^{\circ}$ 、前記表面温度が t $^{\circ}$ t $^{\circ}$ 2 0 $^{\circ}$ Cのときの定着画像の光沢度をG(t $^{\circ}$ 2 0) としたとき、G(t)、G(t $^{\circ}$ 2 0) 、及びG(t $^{\circ}$ + 2 0) が下記式(2)の関係を満たすことを特徴とする<1 > に記載の静電潜像現像用トナーである。

[0021]

<3> トナーとして<2>に記載の電子写真用トナーを用いたことを特徴とする静電潜像現像剤である。

[0022]

<4> 静電潜像担持体表面に静電潜像を形成する静電潜像形成工程、現像剤担持体表面の現像剤により前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程、前記トナー画像を被記録体表面に転写する転写工程、及び前記トナー画像を被記録体表面に定着する定着工程を含む画像形成方法であって、前記現像剤として
<3>に記載の静電潜像現像剤を含有することを特徴とする画像形成方法である

[0023]

さらに、前記静電潜像現像用トナーとしては、少なくとも平均粒径が1ミクロン以下の樹脂粒子を分散した樹脂粒子分散液、着色剤を分散した着色剤分散液を混合し、樹脂粒子、着色剤をトナー粒径に凝集した後、樹脂のガラス転移点以上の温度に加熱し凝集体を融合した着色トナー粒子を用いることが好ましく、少なくとも1種類以上の離型剤を含有することが好ましい。また、上記トナー粒子に含まれる離型剤の含有量は、0.5~15質量%の範囲であることが好ましく、トナーの結着樹脂としては、少なくとも1種類以上の架橋成分を含有する樹脂を用いることが好ましい。

[0024]

前記静電潜像現像剤としては、キャリアとトナーとを含有する静電荷像現像剤

が好ましく、上記キャリアが、樹脂被覆層を有してなるものであることが好ましい。

[0025]

また、前記定着工程においては、定着部材の表面が含フッ素樹脂であることが 好ましい。

[0026]

【発明の実施の形態】

以下に本発明を詳細に説明する。

<静電潜像現像用トナー>

本発明のトナーは、波数領域が $400\sim4000\,\mathrm{cm^{-1}}$ の範囲の赤外吸収スペクトルにおいて複数の吸収ピークを示し、該複数の吸収ピークのうち、最大のピークが $500\sim800\,\mathrm{cm^{-1}}$ の範囲の波数領域に存在し、かつ、該最大の吸収ピークの強度をP1、2番目に大きい吸収ピークの強度をP2としたとき、P1及びP2が下記式(1)の関係を満たすことを特徴とする。

[0027]

すなわち、トナーの赤外吸収スペクトルにおける特定の波数領域に現れる吸収 強度を制御するように、特定の化合物とともに重合反応を行い、得られた分子量 及び分子量分布が制御された樹脂を結着樹脂の主成分とするトナーを作製するこ とで、定着時に高光沢で定着温度領域の広いトナーを得るものである。

[0028]

一般的に、加熱定着用トナーの光沢度は樹脂の熱特性により決定される。粉体であるトナーは、現像工程において感光体表面の静電潜像をトナー画像として現像し、該トナー画像は、転写工程を経て被記録体表面へ転写される。次に、定着工程において被記録体表面のトナー画像は、被記録体とともに定着部材により加熱され、被記録体に溶融定着されるが、このときのトナー特性及び/または定着条件により、定着時のトナーの溶融状態は変化しやすく、そのため光沢度も変化しやすくなる。

[0029]

高光沢の定着画像を得、同時にトナー画像の定着条件による光沢度の変化を小

さくするためにトナーに要求される特性としては、定着温度における熱溶融特性の変化が、温度に対して鈍感であることが好ましく、このために、トナーを構成する結着樹脂の分子量分布は、高分子量側、低分子量側のいずれの側にもより広く、好ましくは低分子量により広く分布させることが好ましい。

[0030]

このため例えば、結着樹脂としてスチレンーアクリル系の樹脂を用いる場合には、上記樹脂の重量平均分子量(Mw)を20000~40000範囲、数平均分子量(Mn)を3000~8000の範囲とすることが好ましい。さらに分子量分布(Mw/Mn)を3.0~7.0の範囲とすることが好ましく、3.0~5.0の範囲とすることがより好ましい。

[0031]

本発明者らは、上記好ましい分子量、分子量分布を有する樹脂を得るために、トナーに用いる結着樹脂の重合時の添加剤の種類及び配合量、または懸濁重合トナーのように重合と同時にトナーを作製する場合はその重合時の添加剤の種類及び配合量を制御すればよいことを見出した。

[0032]

より具体的には、前記重合時に使用される添加剤の種類としては、例えば水系 分散媒体中において分散粒子の粒径を安定させるための分散安定剤、重合を開始 するための重合開始剤、重合時に重合度を制御する連鎖移動剤等が挙げられ、こ れらのうち、本発明を実現するためには、連鎖移動剤の配合量により、重合時に 樹脂の重合度を制御するのが最も適していることを見出した。

[0033]

一般に重合度に対しては、上記分散安定剤、重合開始剤もその効果があることは知られているものの、例えば該分散安定剤には界面活性剤、無機微粒子、高分子分散剤が用いられ、該界面活性剤、該高分子分散剤を用いた場合、帯電制御が困難になり易く、また上記無機微粒子を用いた場合、重合後に樹脂中に入り込みトナーの粘性を増加させ、光沢度を下げやすくなる。

[0034]

また、前記重合開始剤としては、有機系過酸化物、無機系過酸化物が一般に用

いられるが、該有機系過酸化物は一般に高価であったり、残留物がトナー樹脂中に入り込み作製されたトナーの特性を変えたりしやすい。上記無機系過酸化物を用いた場合は、一般に無機塩が樹脂の末端になるため、樹脂の粘度を高くしやすく光沢度が下がる。これらの添加剤は本来の目的のために用いるためであれば問題はないが、これらの量を調整して樹脂の重合度を制御することは、本発明の実現には適さない。

[0035]

前記のように、本発明においては連鎖移動剤量により重合度の調整を行い樹脂 を作製し、樹脂の粘度を調整することにより、高光沢度を得ることができる。

一般に重合に関与する材料は、重合性単量体、重合開始剤及び連鎖移動剤であって、これらの混合物を脱酸素状態にした後、該重合開始剤から重合成長点を発生させる。該重合成長点を持つ重合開始剤は前記重合性単量体と反応し、さらに次の重合性単量体へと次々に連鎖反応を生じ樹脂分子を形成する。連鎖移動剤は、前記樹脂分子の重合成長点を該連鎖移動剤内に一旦移動させ、樹脂分子の連鎖反応を停止させる。さらに、該重合成長点を有する連鎖移動剤は他の重合性単量体と反応して新たな樹脂分子を形成させる働きを持つものである。このようにして樹脂の重合度を調整することができ、前記連鎖移動剤は樹脂の構成成分となるため本発明に適している。

[0036]

本発明における連鎖移動剤としては、炭素-硫黄の共有結合を有するものが適している。該炭素-硫黄の共有結合は、通常赤外吸収スペクトルで500~800cm⁻¹の範囲の波数領域に吸収が存在する。そして、トナーの結着樹脂として上記連鎖移動剤を適当量使用して重合を行った樹脂を用いた場合、上記トナーについての波数領域が400~4000cm⁻¹の範囲の赤外吸収スペクトルにおいて、前記炭素-硫黄の共有結合に基づく吸収が最大の吸収ピークとなる。

[0037]

本発明においては、上記赤外吸収スペクトルにおける最大の吸収ピークの強度をP1、2番目に大きい吸収ピークの強度をP2としたときに、P1及びP2が下記式(1)の関係を満たすことが必要となる。

1. $6 \le P1/P2 \le 6$. 0 · · · 式(1)

[0038]

P1及びP2が上記式(1)の関係を満たすように連鎖移動剤量を調整することによって、作製されたトナーの定着画像は高光沢であり、かつ温度変化に対して光沢度変化の少ない定着可能領域の広いトナーを得ることができる。

[0039]

前記P1/P2は、 $1.6 \sim 4.0$ の範囲が好ましく、 $1.6 \sim 2.5$ の範囲がより好ましい。

前記P1/P2が1.6未満の場合、重合時の連鎖移動剤の効果が小さく、定着画像の光沢度は低くなるため好ましくない。また、前記P1/P2が6.0を超える場合、重合時の連鎖移動剤の効果が大きすぎるため、樹脂分子の分子量分布が広くなり、定着時の樹脂分子間の凝集力が低下し、オフセットを生じ易くなるため好ましくない。

[0040]

なお、上記トナーの赤外吸収スペクトルは、微量のトナーを用いてKBr法により錠剤状の測定試料を作製し、通常の赤外吸収分光光度計を用いて測定することができる。

$[0 \ 0 \ 4 \ 1]$

前記のように、P1/P2を制御することにより優れた光沢度を有するトナーが得られる理由の詳細は不明であるが、500~800cm-lの範囲の波数領域における吸収ピーク強度P1が、P2に対してある範囲内になるように炭素-硫黄の共有結合を有する連鎖移動剤を配合させた場合、重合時の前記樹脂分子は成長段階で一定の割合で連鎖移動剤と反応し重合が停止したり、また、重合反応時の発熱が生じにくく反応速度が一定になったりするため、樹脂の分子量が一定になりやすいものと推定される。

[0042]

本発明に用いられる連鎖移動剤としては、 $500~800~c~m^{-1}$ の範囲の波数領域に吸収を持つものであれば特に制限はなく、具体的には炭素原子と硫黄原子の共有結合を持つものがよく、より具体的にはn-プロピルメルカプタン、n-

ブチルメルカプタン、nーアミルメルカプタン、nーへキシルメルカプタン、nーペプチルメルカプタン、nーオクチルメルカプタン、nーノニルメルカプタン、nーデシルメルカプタン等のnーアルキルメルカプタン類;イソプロピルメルカプタン、イソブチルメルカプタン、sーブチルメルカプタン、tertーブチルメルカプタン、シクロヘキシルメルカプタン、tertーへキサデシルメルカプタン、tertーラウリルメルカプタン、tertーノニルメルカプタン、tertーオクチルメルカプタン、tertーテトラデシルメルカプタン等の分鎖型アルキルメルカプタン類;アリルメルカプタン、3ーフェニルプロピルメルカプタン、フェニルメルカプタン、メルカプトトリフェニルメタン等の含芳香環系のメルカプタン類;などを挙げることができる。

[0043]

上記のうち、好ましくは炭素数4以上の、より好ましくは炭素数6以上の、さらに好ましくは炭素数8以上のn-アルキルメルカプタン類、分鎖型アルキルメルカプタン類、及び含芳香環系のメルカプタン類がよい。その理由は、炭素数が増加することにより、メルカプタン類と他の重合性単量体との相溶性が向上するため、重合反応を安定に行うことができるためと考えられる。

[0044]

前記P1/P2を適切な範囲とするため、重合反応に使用する上記連鎖移動剤量を制御する必要があるが、該連鎖移動剤量は、反応系における重合性単量体の種類、反応条件等により異なるため、一概に規定することはできない。

具体的には、例えば、重合性単量体としてスチレン、アクリル酸ブチル、アクリル酸を、後述する重合開始剤として過硫酸カリウムを、連鎖移動剤としてn-ドデシルメルカプタンを、乳化剤としてドデシル硫酸ナトリウムを用い、固形分量 40%の水中において、脱気、75%の反応条件で乳化重合を行う場合には、重合開始剤の質量Aと連鎖移動剤Bとの質量比A/Bを、 $0.6/4.0\sim0.04/10.0$ の範囲とすることが好ましく、 $1.0/3.5\sim0.1/8.0$ の範囲とすることがより好ましい。

[0045]

本発明に用いられる結着樹脂における前記連鎖移動剤以外の樹脂成分としては

、500~800cm⁻¹の波数領域に吸収ピークが存在しない、または吸収ピークほとんど存在しないものであり、かつ炭素-硫黄の共有結合を有する化合物を連鎖移動剤として用いることができるものであれば使用することができる。

[0046]

上記樹脂成分の具体例としては、スチレン、αーメチルスチレン等のスチレン類の単独重合体または共重合体(スチレン系樹脂);アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ロープロピル、アクリル酸ローブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ロープロピル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ロープロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2ーエチルへキシル等のビニル基を有するエステル類の単独重合体または共重合体(ビニル系樹脂);アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類の単独重合体または共重合体(ビニル系樹脂);ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類の単独重合体または共重合体(ビニル系樹脂);ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン類の単独重合体または共重合体(オレフィン類の単独重合体または共重合体(オレフィン系樹脂);などが挙げられる。これらの樹脂は1種単独で用いてもよいし、2種以上を併用して用いてもよい。

[0047]

上記のうち、トナーのTg(ガラス転移温度)制御、分子量制御の観点から、スチレン類、アクリル酸エステル類、メタクリル酸エステル、ブタジエン、イソプレンの単独重合体または共重合体が好ましく用いられ、スチレンーアクリル酸 nーブチル、スチレンーアクリル酸 nープロピル、スチレンーメタクリル酸 nーブチル、スチレンーメタクリル酸 nープロピル、スチレンーアクリル酸 nーラウリル、スチレンーメタクリル酸 nーラウリル、スチレンーメタクリル酸 nーラウリル、アクリル酸メチルーアクリル酸 nーブチル、メタクリル酸メチルーメタクリル酸 nーブチルの共重合体がより好ましく用いられる。

[0048]

本発明における重合性単量体を重合して樹脂分子を形成させる工程においては

、ラジカル重合用開始剤(重合開始剤)を用いることができる。

前記ラジカル重合用開始剤の具体例としては、過酸化水素、過酸化アセチル、過酸化クミル、過酸化 tertーブチル、過酸化プロピオニル、過酸化ベンゾイル、過酸化クロロベンゾイル、過酸化ジクロロベンゾイル、過酸化ブロモメチルベンゾイル、過酸化ラウロイル、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、ペルオキシ炭酸ジイソプロピル、テトラリンヒドロペルオキシド、1ーフェニルー2ーメチルプロピルー1ーヒドロペルオキシド、過トリフェニル酢酸 tertーブチルヒドロペルオキシド、過蟻酸 tertーブチル、過酢酸 tertーブチル、過安息香酸 tertーブチル、過フェニル酢酸 tertーブチル、過安息香酸 tertーブチル、過フェニル酢酸 tertーブチル、過メトキシ酢酸 tertーブチル、過Nー(3ートルイル)カルバミン酸 tertーブチル等の過酸化物類;

[0049]

2, 2'-アゾビスプロパン、2, 2'-ジクロロ-2, 2'-アゾビスプロパ ン、1,1'-アゾ(メチルエチル)ジアセテート、2,2'-アゾビス(2-ア ミジノプロパン)塩酸塩、2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)硝酸塩 、2,2'-アゾビスイソブタン、2,2'-アゾビスイソブチルアミド、2,2 'ーアゾビスイソブチロニトリル、2.2'-アゾビス-2-メチルプロピオン酸 メチル、2, 2'ージクロロー2, 2'ーアゾビスブタン、2, 2'ーアゾビスー 2-メチルブチロニトリル、2, 2'-アゾビスイソ酪酸ジメチル、1, 1'-ア ゾビス(1-メチルブチロニトリルー3-スルホン酸ナトリウム)、2-(4-メチルフェニルアゾ) -2-メチルマロノジニトリル、4, 4'-アゾビス-4 ーシアノ吉草酸、3,5-ジヒドロキシメチルフェニルアゾー2-メチルマロノ ジニトリル、2-(4-ブロモフェニルアゾ)-2-アリルマロノジニトリル、 2, 2'-アゾビス-2-メチルバレロニトリル、4, 4'-アゾビス-4-シア ノ吉草酸ジメチル、2, 2'-アゾビス-2, 4-ジメチルバレロニトリル、1 , 1 '-アゾビスシクロヘキサンニトリル、 2 , 2 '-アゾビス- 2 -プロピルブ チロニトリル、1, 1'ーアゾビスー1ークロロフェニルエタン、1, 1'ーアゾ ビスー1ーシクロヘキサンカルボニトリル、1.1'-アゾビス-1-シクロヘ プタンニトリル、1,1'-アゾビス-1-フェニルエタン、1,1'-アゾビス

クメン、4-ニトロフェニルアゾベンジルシアノ酢酸エチル、フェニルアゾシフェニルメタン、フェニルアゾトリフェニルメタン、4-ニトロフェニルアゾトリフェニルメタン、1'-アゾビス-1, 2-ジフェニルエタン、ポリ (ビスフェノールA-4, 4'-アゾビス-4-シアノペンタノエート)、ポリ (テトラエチレングリコール-2, 2'-アゾビスイソブチレート) 等のアゾ化合物類;1, 4-ビス (ペンタエチレン) -2-テトラゼン、1, 4-ジメトキシカルボニル-1, 4-ジフェニル-2-テトラゼン等が挙げられる。

[0050]

これらの重合開始剤は、作製されたトナーの定着画像の光沢度を低下させない範囲で用いることができ、一般的には少量でよく、種類による違いはあるものの、重合性単量体100質量部に対して3質量部以下程度が好ましく、より好ましくは2質量部以下、さらに好ましくは1質量部以下である。これらは単独で用いてもよいし、必要に応じて複数種を同時に用いてもよい。

[0051]

本発明のトナーが乳化重合凝集法で作製される場合、前記重合開始剤は水溶性のものであるものが好ましく、具体的には過酸化水素、過酸化アセチル、過酸化クミル、過酸化 tertーブチル、過酸化プロピオニル、過酸化ベンゾイル、過酸化クロロベンゾイル、過酸化ジクロロベンゾイル、過酸化ブロモメチルベンゾイル、過酸化ラウロイル、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、ペルオキシ炭酸ジイソプロピル等の過酸化物などが好ましく、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム等の無機酸の過酸化物の金属塩が重合を均一かつ安定に行うためにはより好適である。

[0052]

また、本発明におけるトナーが懸濁重合法で作製される場合には、重合開始剤は疎水性でなければならず、具体的には、2, 2'-rゾビスプロパン、2, 2'-rグロロー2, 2'-rグビスプロパン、1, 1'-rグ(メチルエチル)ジアセテート、2, 2'-rグビス(2-rミジノプロパン)塩酸塩、2, 2'-rグビス(2-rミジノプロパン)硝酸塩、2, 2'-rグビスイソブチルアミド、2, 2'-rグビスイソブチロニトリル、2, 2'

-アゾビス-2-メチルプロピオン酸メチル、2,2'-ジクロロ-2,2'-ア ゾビスブタン、2, 2'ーアゾビスー2ーメチルブチロニトリル、2, 2'ーアゾ ビスイソ酪酸ジメチル、1,1'-アゾビス(1-メチルブチロニトリル-3-スルホン酸ナトリウム)、2-(4-メチルフェニルアゾ)-2-メチルマロノ ジニトリル、4,4'ーアゾビスー4ーシアノ吉草酸、3,5-ジヒドロキシメ チルフェニルアゾー2-メチルマロノジニトリル、2-(4-ブロモフェニルア ゾ) -2-アリルマロノジニトリル、2, 2'-アゾビス-2-メチルバレロニ トリル、4,4'ーアゾビス-4-シアノ吉草酸ジメチル、2,2'ーアゾビス-2, 4-ジメチルバレロニトリル、1, 1'-アゾビスシクロヘキサンニトリル 、2、2'ーアゾビスー2ープロピルブチロニトリル、1、1'ーアゾビスー1ー クロロフェニルエタン、1.1'ーアゾビスー1ーシクロヘキサンカルボニトリ ル、1、1'-アゾビス-1-シクロヘプタンニトリル、1、1'-アゾビス-1 ーフェニルエタン、1, 1'ーアゾビスクメン、4ーニトロフェニルアゾベンジ ルシアノ酢酸エチル、フェニルアゾジフェニルメタン、フェニルアゾトリフェニ ルメタン、4-ニトロフェニルアゾトリフェニルメタン、1'-アゾビス-1. 2-ジフェニルエタン、ポリ(ビスフェノールA-4, 4'-アゾビス-4-シ アノペンタノエート)、ポリ(テトラエチレングリコール-2,2'-アゾビス イソブチレート)等のアゾ化合物類が好ましく、さらには2,2'ーアゾビスー 2-メチルバレロニトリル、4.4'-アゾビス-4-シアノ吉草酸ジメチル、 2, 2'-アゾビス-2, 4-ジメチルバレロニトリル等のバレロニトリル類が 、トナーの重合時での重合系の安定度の観点からより好ましい。

[0053]

本発明における結着樹脂の重合時には、必要に応じて架橋剤を添加することもできる。通常架橋剤を添加すると定着画像の光沢度は低くなる傾向にある。しかしながら、本発明におけるトナーにおいて、光沢度をほとんど低下させない程度の量の架橋剤を添加することにより、光沢度に均一性を持たせ、高級感のある定着画像を得ることが可能となる。

[0054]

その理由としては、通常のラジカル重合においては、重合性単量体の反応順序

は添加されている重合性単量体の量に比例する傾向にあり、同時に樹脂の成長段階では、同種の重合性単量体と反応し樹脂を形成する傾向がある。したがって、通常重合性単量体中で少量である架橋剤は、重合の末期になって反応を起こすと考えられる。通常重合末期においては、樹脂の成長点に対し重合性単量体の量は少なくなっており、低分子量の樹脂分子が生じ易い。架橋剤はこれらの分子と架橋反応を起こしやすく、そのために上記低分子量の樹脂分子の量が減少し、必要以上に光沢を生じる樹脂分子が減少し、光沢度に均一性が得られるものと推定される。

[0055]

前記架橋剤の具体例としては、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン等の芳 香族の多ビニル化合物類;フタル酸ジビニル、イソフタル酸ジビニル、テレフタ ル酸ジビニル、ホモフタル酸ジビニル、トリメシン酸ジビニル/トリビニル、ナ フタレンジカルボン酸ジビニル、ビフェニルカルボン酸ジビニル等の芳香族多価 カルボン酸の多ビニルエステル類、ピリジンジカルボン酸ジビニル等の含窒素芳 香族化合物のジビニルエステル類;ピロムチン酸ビニル、フランカルボン酸ビニ ル、ピロールー2ーカルボン酸ビニル、チオフェンカルボン酸ビニル等の不飽和 複素環化合物カルボン酸のビニルエステル類; ブタンジオールメタクリレート、 ヘキサンジオールアクリレート、オクタンジオールメタクリレート、デカンジオ ールアクリレート、ドデカンジオールメタクリレート等の直鎖多価アルコールの (メタ)アクリル酸エステル類;ネオペンチルグリコールジメタクリレート、2 ーヒドロキシー1.3-ジアクリロキシプロパン等の分枝、置換多価アルコール の(メタ)アクリル酸エステル類:ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレ ート、ポリプロピレンポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート等のポリ (メタ)アクリル酸エステル類;コハク酸ジビニル、フマル酸ジビニル、マレイ ン酸ビニル/ジビニル、ジグリコール酸ジビニル、イタコン酸ビニル/ジビニル 、アセトンジカルボン酸ジビニル、グルタル酸ジビニル、3.3'-チオジプロ ビオン酸ジビニル、trans-アコニット酸ジビニル/トリビニル、アジピン 酸ジビニル、ピメリン酸ジビニル、スベリン酸ジビニル、アゼライン酸ジビニル 、セバシン酸ジビニル、ドデカン二酸ジビニル、ブラシル酸ジビニル等の多価カ



ルボン酸の多ビニルエステル類;等が挙げられる。

本発明において、これらの架橋剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を併用 して用いてもよい。

[0056]

架橋剤の量としては、光沢度にほとんど影響を与えない量であれば特に制限はなく、重合性単量体総量の1質量%以下程度が好ましく、0.6質量%以下がより好ましく、0.4質量%以下がさらに好ましい。

[0057]

本発明のトナーに用いる着色剤としては、シアン、マゼンタ、イエロー顔料から選ばれるいずれかを少なくとも1種以上を用いることが好ましい。該顔料は1種単独で用いてもよいし、同系統の顔料を2種以上混合して用いてもよい。また、異系統の顔料を2種以上混合して用いてもよい。

[0058]

前記着色剤としては、例えば、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーマネントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウオッチヤングレッド、パーマネントレッド、ブリリアントカーミン3B、ブリリアントカーミン6B、デュポンオイルレッド、ピラゾロンレッド、リソールレッド、ローダミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオキサレートなどの種々の顔料;アクリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノン系、アジン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチン系、インジゴ系、チオインジゴ系、フタロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアゾール系、キサンテン系などの各種染料;などが挙げられる。これらの着色剤に、透明度を低下させない程度にカーボンブラック等の黒色顔料、染料を混合してもよい。

[0059]

本発明のトナーの製法としては、特に制限はないが、使用できる材料の選択の



自由度、作製されるトナーの特性領域の広さを考慮した場合、混錬粉砕法よりも 湿式法が好ましく、乳化重合凝集法または懸濁重合法がより好ましい。

[0060]

前記乳化重合凝集法は、少なくとも平均粒径が1 µ m以下の樹脂粒子を分散した樹脂粒子分散液と、着色剤を分散した着色剤分散液とを混合し、樹脂粒子、着色剤をトナー粒径に凝集する(凝集粒子)工程(以下、「凝集工程」と称することがある)、樹脂のガラス転移点以上の温度に加熱し、上記凝集粒子を融合し着色トナー粒子を形成(以下「融合工程」と称することがある)を含む。

[0.061]

前記凝集工程においては、互いに混合された前記樹脂粒子分散液、前記着色剤 分散液、必要に応じて離型剤分散液中の樹脂粒子が凝集して凝集粒子を形成する 。該凝集粒子はヘテロ凝集等により形成され、凝集粒子の安定化、粒度/粒度分 布制御を目的として、凝集粒子とは極性が異なるイオン性界面活性剤や、金属塩 等の一価以上の電荷を有する化合物を添加することにより形成される。

[0062]

前記融合工程においては、上記凝集粒子中の樹脂がガラス転移点以上の温度条件で溶融する。

[0063]

また、前記懸濁重合法は、着色剤粒子と、離型剤粒子等とを、重合性単量体と ともに必要に応じて分散安定剤等が添加された水系媒体中へ懸濁させ、所望の粒 度、粒度分布に分散させた後、加熱等の手段により重合性単量体を重合し、重合 後、重合物を水系媒体から分離し、必要に応じて洗浄、乾燥させることによって 、トナーを形成するものである。

[0064]

本発明においては、前記懸濁重合法における分散時の安定化、前記乳化重合凝集法における乳化重合時の乳化粒子の安定性、樹脂粒子分散液、着色剤分散液、及び離型剤分散液の分散安定を目的として界面活性剤を用いることができる。

[0065]

上記界面活性剤としては、例えば硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸



エステル系、せっけん系等のアニオン界面活性剤;アミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン界面活性剤;ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン系界面活性剤;などが挙げられる。これらの中でも、イオン性界面活性剤が好ましく、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤がより好ましい。

[0066]

本発明のトナーにおいては、一般的にはアニオン系界面活性剤は分散力が強く、樹脂粒子、着色剤の分散に優れており、後述する離型剤を分散させるための界面活性剤としてはカチオン系界面活性剤が有利である。

前記非イオン系界面活性剤は、上記アニオン系界面活性剤またはカチオン系界面活性剤と併用されるのが好ましい。界面活性剤は、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用して使用してもよい。

[0067]

前記アニオン系界面活性剤の具体例としては、ラウリン酸カリウム、オレイン酸ナトリウム、ヒマシ油ナトリウム等の脂肪酸セッケン類;オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、ラウリルエーテルサルフェート、ノニルフェニルエーテルサルフェート等の硫酸エステル類;ラウリルスルホネート、ドデシルベンゼンスルホネート、トリイソプピルナフタレンスルホネート、ジブチルナフタレンスルホネートなどのアルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホネートホルマリン縮合物、モノオクチルスルホサクシネート、ジオクチルスルホサクシネート、ラウリン酸アミドスルホネート、オレイン酸アミドスルホネート等のスルホン酸塩類;ラウリルホスフェート、イソプロピルホスフェート、ノニルフェニルエーテルホスフェート等のリン酸エステル類;ジオクチルスルホコハク酸ナトリウムなどのジアルキルスルホコハク酸塩類;スルホコハク酸ラウリル2ナトリウム等のスルホコハク酸塩類;などが挙げられる。

[0068]

上記アニオン系界面活性剤のうち、ラウリン酸カリウム、オレイン酸ナトリウム、ヒマシ油ナトリウム等の脂肪酸セッケン類;オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、ラウリルエーテルサルフェート、ノニルフェニルエーテルサル

フェート等の硫酸エステル類; ラウリルスルホネート、ドデシルベンゼンスルホネート、トリイソプピルナフタレンスルホネート、ジブチルナフタレンスルホネートなどのアルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホネートホルマリン縮合物、モノオクチルスルホサクシネート、ジオクチルスルホサクシネート、ラウリン酸アミドスルホネート、オレイン酸アミドスルホネート等のスルホン酸塩類を用いることがより好ましく、オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、ラウリルエーテルサルフェート、ノニルフェニルエーテルサルフェート等の硫酸エステル類; ラウリルスルホネート、ドデシルベンゼンスルホネート、トリイソプピルナフタレンスルホネート、ジブチルナフタレンスルホネートなどのアルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホネートホルマリン縮合物、モノオクチルスルホサクシネート、ジオクチルスルホサクシネート、ラウリン酸アミドスルホネート、オレイン酸アミドスルホネート等のスルホン酸塩類を用いることが乳化性、分散性に優れることからより好ましい。

[0069]

前記カチオン系界面活性剤の具体例としては、ラウリルアミン塩酸塩、ステアリルアミン塩酸塩、オレイルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミノプロピルアミン酢酸塩等のアミン塩類;ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルアンモニウムクロライド、ジステアリルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、ラウリルジとドロキシエチルメチルアンモニウムクロライド、オレイルビスポリオキシエチレンメチルアンモニウムクロライド、ラウロイルアミノプロピルジメチルエチルアンモニウムエトサルフェート、ラウロイルアミノプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムパークロレート、アルキルベンゼンジメチルアンモニウムクロライド、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド等の4級アンモニウム塩類:などが挙げられる。

[0070]

上記カチオン系界面活性剤のうち、ラウリルアミン塩酸塩、ステアリルアミン 塩酸塩、オレイルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミノプロピルアミン酢酸塩等のアミン塩類が好ましく用いられ、ラウリルアミン塩酸塩 、ステアリルアミン塩酸塩が乳化性、分散性に優れることからより好ましく用いられる。

[0071]

前記非イオン性界面活性剤の具体例としては、ポリオキシエチレンオクチルエ ーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリル エーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル類:ポリ オキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニル エーテル等のアルキルフェニルエーテル類;ポリオキシエチレンラウレート、ポ リオキシエチレンステアレート、ポリオキシエチレンオレート等のアルキルエス テル類:ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンステ アリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンオレイルアミノエーテル、ポリオキ シエチレン大豆アミノエーテル、ポリオキシエチレン牛脂アミノエーテル等のア ルキルアミン類;ポリオキシエチレンラウリン酸アミド、ポリオキシエチレンス テアリン酸アミド、ポリオキシエチレンオレイン酸アミド等のアルキルアミド類 ;ポリオキシエチレンヒマシ油エーテル、ポリオキシエチレンナタネ油エーテル 等の植物油エーテル類;ラウリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノ ールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド等のアルカノールアミド類;ポリオ キシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパ ルミエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチ レンソルビタンモノオレエート等のソルビタンエステルエーテル類;などが挙げ られる。

[0072]

上記前記非イオン系界面活性剤のうち、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル類;ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のアルキルフェニルエーテル類;ポリオキシエチレンラウレート、ポリオキシエチレンステアレート、ポリオキシエチレンオレート等のアルキルエステル類が好ましく用いられ、前記ポリオキシエチレンの単位の少ないもの、より具体的

には、前記ポリオキシエチレン単位が6から10のものが、分散性、乳化性、及びトナーに対する帯電性の観点からより好ましく用いられる。

[0073]

前記界面活性剤の各分散液中における含有量としては、本発明を阻害しない程度であればよく、一般的には少量であり、具体的には0.01~3質量%程度の範囲であり、より好ましくは0.05~3質量%の範囲であり、さらに好ましくは0.1~2質量%程度の範囲である。含有量が0.01質量%未満であると、前記分散状態が不安定になり、そのため凝集を生じたり、また重合時に特定化合物の遊離が生じる等の問題があり、また、3質量%を越えると粒子の分子量の制御が困難になったり分子量分布が広くなる等の問題がある。一般的には、粒子径の大きい懸濁重合トナー分散物が界面活性剤の使用量は少量で安定である。

[0074]

本発明において前記懸濁重合法に用いる場合、前記分散安定剤としては難水溶性で、親水性の無機微粉末を用いることができる。

使用できる無機微粉末としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸3カルシウム(ヒドロキシアパタイト)、クレイ、ケイソウ土、ベントナイト等が挙げられる。これらの中でも炭酸カルシウム、リン酸3カルシウム等は微粒子の粒度形成の容易さと、除去の容易さの点で好ましい。

[0075]

また、常温固体の水性ポリマー等も用いることができる。具体的には、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース等のセルロース系化合物、ポリビニルアルコール、ゼラチン、デンプン、アラビアゴム等が使用できる。

[0076]

本発明のトナーの作製に乳化凝集合一法を用いた場合、前記凝集工程において pH変化により凝集を発生させ、粒子を調製することができる。同時に粒子の凝 集を安定に、また迅速に、またはより狭い粒度分布を持つ凝集粒子を得る方法と して、凝集剤を添加してもよい。

[0077]

凝集剤としては一価以上の電荷を有する化合物が好ましく、その化合物の具体例としては、前述のイオン性界面活性剤、ノニオン系界面活性剤等の水溶性界面活性剤類;塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、シュウ酸等の酸類;塩化マグネシウム、塩化ナトリウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、硝酸銀、硫酸銅、炭酸ナトリウム等の無機酸の金属塩;酢酸ナトリウム、蟻酸カリウム、シュウ酸ナトリウム、フタル酸ナトリウム、サリチル酸カリウム等の脂肪族酸、芳香族酸の金属塩;ナトリウムフェノレート等のフェノール類の金属塩;アミノ酸の金属塩;トリエタノールアミン塩酸塩、アニリン塩酸塩等の脂肪族、芳香族アミン類の無機酸塩類;等が挙げられる。

[0078]

上記のうち、塩化マグネシウム、塩化ナトリウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、硝酸銀、硫酸銅、炭酸ナトリウム等の無機酸の金属塩;酢酸ナトリウム、蟻酸カリウム、シュウ酸ナトリウム、フタル酸ナトリウム、サリチル酸カリウム等の脂肪族酸等の無機、有機の金属塩;が好ましく用いられ、硫酸アルミニウム、硝酸アルミニム、塩化アルミニウム、塩化マグネシウム等の多価の無機金属塩が凝集粒子の安定性、凝集剤の熱や経時に対する安定性、洗浄時の除去等の点からより好ましく用いられる。

[0079]

これらの凝集剤の添加量は、電荷の価数により異なるが、いずれも少量であって、一価の場合は3質量%以下程度、二価の場合は1質量%以下程度、三価の場合は0.5質量%以下程度である。凝集剤の量は少ない方が好ましいため、価数の多い化合物が好ましい。

[0080]

本発明のトナーには離型剤を添加することができる。該離型剤の添加により、 定着器にシリコーンオイルを塗布することなくトナーを定着部材から離型するこ とができ、同時に定着器もオイル供給機がなくなるために小型化、軽量化が可能 となる。

[0081]

本発明のトナーの作製方法である乳化凝集合一法、懸濁重合法を用いると、乳

化重合凝集法では凝集及び合一時に、懸濁重合法では分散時に、それぞれ一般的に疎水性である離型剤は粒子内部に引き込まれるため表面に存在しにくく、また、表面にはよりTgの高いカルボキシル基が多量に存在すると推定されるため、粒子の形成は容易である。従来の混錬粉砕法では、粉砕時に大量の離型剤成分が粒子表面に存在するため粒子同士の融着が生じ易い等の欠点を生じる。

[0082]

上記離型剤の具体例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等 の低分子量ポリオレフィン類;加熱により軟化点を有するシリコーン類;オレイ ン酸アミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸アミド等の脂 肪酸アミド類;カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、 木ロウ、ホホバ油等の植物系ワックス;ミツロウ等の動物系ワックス;モンタン ワックス、 オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタ リンワックス、フィッシャートロプシュワックス等の鉱物・石油系ワックス;ス テアリン酸ステアリル、ベヘン酸ベヘニル等の高級脂肪酸と高級アルコールとの エステルワックス類:ステアリン酸ブチル、オレイン酸プロピル、モノステアリ ン酸グリセリド、ジステアリン酸グリセリド、ペンタエリスリトールテトラベヘ ネート等の高級脂肪酸と単価または多価低級アルコールとのエステルワックス類 ;ジエチレングリコールモノステアレート、ジプロピレングリコールジステアレ ート、ジステアリン酸ジグリセリド、テトラステアリン酸トリグリセリド等の高 級脂肪酸と多価アルコール多量体とからなるエステルワックス類;ソルビタンモ ノステアレート等のソルビタン高級脂肪酸エステルワックス類;コレステリルス テアレート等のコレステロール高級脂肪酸エステルワックス類などが挙げられる

本発明において、これらの離型剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を併用 して用いてもよい。

[0083]

これらの離型剤の添加量としては、 $0.5\sim50$ 質量%の範囲であることが好ましく、より好ましくは $1\sim30$ 質量%の範囲、さらに好ましくは $5\sim15$ 質量%の範囲である。添加量が0.5 質量%未満であると離型剤添加の効果がなく、

50質量%以上であると、帯電性に影響が現れやすくなったり、現像器内部においてトナーが破壊されやすくなり、離型剤のキャリアへのスペント化が生じ、帯電が低下しやすくなる等の影響が現れるばかりでなく、例えばカラートナーを用いた場合、定着時の画像表面への染み出しが不十分になり易く、画像中に離型剤が在留しやすくなってしまうため、透明性が悪化し好ましくない。

[0084]

前記離型剤のうち、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類;カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホバ油等の植物系ワックス;ミツロウ等の動物系ワックス;モンタンワックス、 オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシャートロプシュワックス等の鉱物・石油系ワックス;ステアリン酸ステアリル、ベヘン酸ベヘニル等の高級脂肪酸と高級アルコールとのエステルワックス類;が好ましく用いられであり、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類;カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホバ油等の植物系ワックス;及びステアリン酸ステアリル、ベヘン酸ベヘニル等の高級脂肪酸と高級アルコールとのエステルワックス類;が、トナーの加熱により短時間で定着器の加熱部材とトナー画像表面との間に入り込んで離型効果を持たせることができるため、より好ましく用いられる。

[0085]

本発明においては、目的に応じて前記樹脂、着色剤及び離型剤以外に、内添剤、帯電制御剤、無機粒体、有機粒体、滑剤、研磨材などのその他の成分(粒子)を添加させることが可能である。

[0086]

前記内添剤としては、トナー特性としての帯電性を阻害しない程度の量が使用でき、例えば、フェライト、マグネタイト、還元鉄、コバルト、マンガン、ニッケル等の金属、合金、またはこれら金属を含有する化合物などの磁性体などが挙げられる。

[0087]

前記帯電制御剤としては、特に制限はないが、特にカラートナーとした場合、 無色または淡色のものが好ましく使用できる。例えば、4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料、 トリフェニルメタン系顔料などが挙げられる。

[0088]

前記無機粒体としては、例えば、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸3カルシウム、酸化セリウム等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。

[0089]

前記有機粒体としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコーン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。なお、これらの無機粒体や有機粒体は、流動性助剤、クリーニング助剤等として使用することができる。

[0090]

前記滑剤としては、例えば、エチレンビスステアリル酸アミド、オレイン酸アミド等の脂肪酸アミド、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪酸金属塩等が挙げられる。

[0091]

前記研磨剤としては、例えば、前述のシリカ、アルミナ、酸化セリウムなどが 挙げられる。

[0092]

前記樹脂、着色剤、及び離型剤を混合した場合における、着色剤の含有量としては、50質量%以下であればよく、2~40質量%程度であるのが好ましい。

また、前記その他の成分の含有量としては、本発明の目的を阻害しない程度であればよく、一般的には極少量であり、具体的には $0.01\sim5$ 質量%程度の範囲であり、 $0.5\sim2$ 質量%程度の範囲が好ましい。

[0093]

本発明における、前記樹脂粒子分散液、着色剤分散液、離型剤分散液、及びその他の成分における分散媒としては、例えば水系媒体などが挙げられる。

前記水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水等の水、アルコールなどが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

[0094]

本発明においては、得られた静電潜像現像用トナーの表面に、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム等の無機粒体や、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコーン樹脂等の樹脂粒子を、乾燥状態で煎断力を印加して添加してもよい。これらの無機粒体や樹脂粒子は、流動性助剤やクリーニング助剤等の外添剤として機能する。

[0095]

本発明においては、定着画像の光沢度を定着部材の表面温度によって制御することができる。未定着画像を形成するトナー粒子は、定着部材表面の熱により溶融し、用紙表面に融着し定着画像を形成する。該定着部材の表面温度が低い場合、定着部材表面から移動する熱は用紙に大半を奪われるため、トナーは溶融するのに十分な温度にはならず、この場合、定着部材表面にトナー粒子が付着するコールドオフセットが発生する。前記定着部材の表面温度を増加させるとそれに伴って用紙の温度も上昇するため、トナー粒子が溶融し用紙と融着しトナーは定着する。該トナーと用紙との融着は、トナー粒子同士の溶融よりも優先して生じるため、画像は定着するものの光沢度は低いという現象が生じる。前記定着部材の表面温度の上昇とともに、トナー粒子同士の溶融が生じ光沢度は急速に増加する。そして、より定着部材の表面温度を上昇させた場合、トナー粒子は完全に溶融し光沢度は飽和する。さらに定着部材の表面温度を上昇させた場合、用紙へのトナーの染み込みが生じるため、画像表面の光沢度は逆に減少する。

[0096]

本発明においては、このような光沢度の定着部材の表面温度に対する変化に着 目した結果、光沢度が急速に増加する温度領域と前記光沢度が飽和する温度領域 との比を制御することにより、より本発明の目的を効果的に達成することができ る。

[0097]

すなわち、定着部材の表面温度を t \mathbb{C} とした場合、 t-20 \mathbb{C} から t \mathbb{C} 付近が 前記光沢度が急速に増加する温度領域、 t \mathbb{C} から t+20 \mathbb{C} 付近が前記光沢度が 飽和する温度領域になるようにし、前記定着部材の表面温度が t-20 \mathbb{C} のときの定着画像の光沢度をG(t-20)、 t \mathbb{C} のときの定着画像の光沢度をG(t)、 t+20 \mathbb{C} のときの定着画像の光沢度をG(t+20) としたとき、G(t-20)、 G(t)、 及びG(t+20) が下記式(2)の関係を満たすことに より、本発明の目的をより効果的に達成することができる。

$$0 \le [G(t+20) - G(t)]/[G(t) - G(t-20)] \le 0.8$$
· · · 式(2)

[0098]

本発明において、[G(t+20)-G(t)]/[G(t)-G(t-20)]が負の値の場合、光沢度は飽和する温度領域を過ぎていることを示し、光沢度が用紙内、用紙間で安定せず画質の低下を生じるだけでなく、ホットオフセットを生じ易くなり好ましくない。また、[G(t+20)-G(t)]/[G(t)-G(t-20)]が0.8を超える場合、光沢度は飽和する温度領域に達していないことを示し、光沢度が用紙内、用紙間で安定せず画質の低下を生じてしまうために好ましくない。

[0099]

なお、上記定着画像の光沢度は、各色でベタ定着画像(60mm×60mm)を作製し、そのベタ定着画像について、光度計(村上色材技術研究所社製:GM-26D)により、8点測定した平均値として求めた。

[0100]

<静電潜像現像剤>

本発明の静電潜像現像剤(以下、単に「現像剤」という場合がある)は、前記本発明の静電荷像現像用トナーを用いる以外は特に制限はなく、目的に応じて適宜の成分組成をとることができる。

前記本発明の静電潜像現像剤は、本発明の静電潜像現像用トナーを、単独で用いると一成分系の静電潜像現像剤として調製され、また、キャリアと組み合わせて用いると二成分系の静電荷像現像剤として調製される。

[0101]

上記キャリアとしては、特に制限はなく、それ自体公知のキャリアが挙げられ、例えば、特開昭 62-39879 号公報、特開昭 56-11461 号公報等に記載された樹脂被覆キャリア等の公知のキャリアを使用することができる。

[0102]

キャリアの具体例としては、以下の核体粒子表面に被覆樹脂層を設けた樹脂被 覆キャリアが挙げられる。

上記キャリアの核体粒子としては、通常の鉄粉、フェライト、マグネタイト造型物などが挙げられ、その体積平均粒径は、30~200μm程度の範囲であることが好ましい。高画質の観点から核体粒子としてはフェライトを用いることが好ましい。

[0103]

前記核体粒子の被覆樹脂としては、例えば、スチレン、パラクロロスチレン、 α-メチルスチレン等のスチレン類;アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、ア クリル酸 n ープロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2 ーエチルヘキシル、 メタクリル酸メチル、メタクリル酸、n-プロピルメタクリル酸ラウリルメタク リル酸2-エチルヘキシル等のα-メチレン脂肪酸モノカルボン酸類:ジメチル アミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類:アクリロニトリル、メタク リロニトリル等のビニルニトリル類;2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン 等のビニルピリジン類:ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等の ビニルエーテル類;ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロ ベニルケトン等のビニルケトン類;エチレン、プロピレン等のオレフィン類;弗 化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系 フッ素含有モノマー;等の単独重合体、または2種類以上のモノマーからなる共 重合体、メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン等からなるシリコーン樹 脂類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂 、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポ リカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は、1種単独で用いてもよい し、あるいは2種以上併用してもよい。

上記被覆樹脂の被覆量としては、核体粒子100質量部に対して0.1~10 質量部程度の範囲が好ましく、0.5~3.0質量部の範囲がより好ましい。

[0104]

前記核体粒子の被覆樹脂のうち、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 n ープロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2 ーエチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸、nープロピルメタクリル酸ラウリルメタクリル酸2 ーエチルヘキシル等の a ーメチレン脂肪酸モノカルボン酸類; 弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー; 等の単独重合体、または2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン等からなるシリコーン樹脂類を好適に用いることができる。

[0105]

前記キャリアの製造には、加熱型ニーダー、加熱型へンシェルミキサー、UMミキサーなどを使用することができ、前記被覆樹脂の量によっては、加熱型流動転動床、加熱型キルンなどを使用することができる。

[0106]

前記静電潜像現像剤における、前記本発明の静電潜像現像用トナーとキャリアとの混合比としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

[0107]

本発明の静電潜像現像用トナーの製造方法は、樹脂を乳化重合により作製し、 顔料、離型剤等の分散液とともにヘテロ凝集させ、これをガラス転移点以上の温 度で合一することにより、また、重合性単量体中に顔料、離型剤等を分散、造粒 させた後重合することにより、トナーを得るものであるが、例えば、色材や離型 剤を核としてシード重合等の手段により得られた着色樹脂粒子や離型剤内包樹脂 粒子等をヘテロ凝集させて合一しても問題はない。

[0108]

前記静電荷像現像用トナーの帯電量としては、絶対値として、10~40μC /gの範囲が好ましく、15~35μC/gの範囲がより好ましい。前記帯電量 が、 $10\,\mu\,\mathrm{C}/\mathrm{g}$ 未満であると、画像背景部汚れが発生し易くなり、 $40\,\mu\,\mathrm{C}/\mathrm{g}$ を越えると、画像濃度の低下が発生し易くなる。

[0109]

この静電潜像現像用トナーの夏場(高温高湿環境)における帯電量と冬場(低温低湿環境)における帯電量との比率(夏場帯電量/冬場帯電量)としては、0.5~1.5の範囲が好ましく、0.7~1.3の範囲がより好ましい。前記比率が上記好ましい範囲外であると、トナーの環境依存性が強く、帯電性の安定性に欠け、実用上好ましくないことがある。

[0110].

また、本発明の静電潜像現像用トナーの表面積は、特に制限はなく、通常のトナーに用いることのできる範囲であれば使用することができる。具体的には、BET法を用いた場合、 $0.5\sim10\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ の範囲が好ましく、 $1.0\sim7\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ の範囲がより好ましく、 $1.2\sim5\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ の範囲がさらに好ましい。

[0111]

<画像形成方法>

本発明の現像剤を用いた画像形成方法は、静電潜像形成工程、現像工程、転写工程、及び定着工程を含む。前記各工程は、それ自体一般的な工程であり、例えば特開昭56-40868号公報、特開昭49-91231号公報等に記載されている。なお本発明の画像形成方法は、それ自体公知のコピー機、ファクシミリ機等の画像形成装置を用いて実施することができる。

[0112]

前記静電潜像形成工程は、静電潜像担体表面に静電潜像を形成するものである。前記現像工程は、現像剤担体体表面の現像剤層により前記静電潜像を現像してトナー画像を形成するものである。前記現像剤層としては、前記本発明の静電潜像現像用トナーを含有する本発明の静電潜像現像剤を含んでいれば特に制限はない。前記転写工程は、前記トナー画像を被記録体表面に転写するものである。前記定着工程は、被記録体表面に転写されたトナー画像を、定着部材からの加熱により被記録体に定着するものである。

[0113]

なお、フルカラーの画像を得ようとする場合には、前記現像工程で少なくともシアン、マゼンタ及びイエローの3色、さらに必要に応じてブラックの4色のトナーを用いて現像されたトナー画像を積層して転写することにより行われる。この時、中間転写体を用いて、中間転写体表面にこれらを一旦積層転写した後(1次転写)、一括して転写体に転写する(2次転写)ことは、位置ずれのない、発色性の良好な画像を得る上で好ましいものである。

[0114]

前記定着工程では、用紙(被記録体)表面に定着されたトナー画像(定着画像)表面の光沢度は、用紙の坪量、定着時における定着部材と用紙との接触時間、さらには定着部材の表面温度に依存する。本発明の画像形成方法においては、30~150g/m²程度の範囲の坪量の用紙を用い、定着部材との接触時間が30~100ms程度の範囲、定着部材の表面温度が160~200℃程度の範囲とすることで、好ましい光沢を持つカラー画像を得ることができる。

[0115]

本発明においては、いわゆる高速プロセスへの対応のため、前記定着部材の表面温度が180 \mathbb{C} のときの光沢度G (180) が、20 %以上となるように上記用紙の坪量、定着部材との接触時間・表面温度等を設定することが好ましい。また、上記G (180) は26 %以上であることがより好ましい。

[0116]

本発明のトナーを用いて定着画像の好ましい光沢度を得るためには、用紙の坪量、定着部材との接触時間、及び定着部材の表面温度が上記の範囲外であってもよい。例えば、用紙の坪量が30g/m²未満であり、定着部材との接触時間が100msを超え、さらに定着部材の表面温度が200℃を超え高光沢になりオフセットしやすいような場合には、これらの条件の少なくとも1条件を前記範囲内とすることにより、好ましい光沢度を得ることができる。

[0117]

また同様に、例えば用紙の坪量が 150 g/m^2 を超え、定着部材との接触時間が30 m s 未満であり、さらに定着部材の表面温度が160 C 未満で高光沢を得られない場合には、これらの条件の少なくとも1 条件を前記範囲内とすること

により、好ましい光沢度を得ることができる。しかしながら、この場合用紙の汎用性がなくなったり、定着器の温度制御等が困難になり定着器が大型化、複雑化してしまったりする傾向にある。

[0118]

本発明の画像形成方法では、定着部材に中空の金属ロールを用い内部に発熱体を有する加熱ロール(加熱部材)、または定着部材表面付近に電気抵抗の高い抵抗体を設置し通電することで発熱させる加熱ロールを用いることができる。また、加熱部材と用紙とを接触させるために、通常加熱部材に接触させるように加圧ロール(加圧部材)を設けることができる。加圧部材としては、表面に樹脂を被覆した金属ロールを用いることができる。また、加圧ロール内部または表面に発熱体を設け、加圧ロール自体を発熱させることもできる。この場合、用紙の通過時に生じる用紙の吸熱による加熱部材表面の温度低下をより減少させることができるため、画質の低下を抑制することができる。また、両端を接着、融着等によりつなげた筒状のベルトの一部を加熱部材に加圧接触させる、いわゆるベルト定着を用いることもできる。該ベルト定着の場合、加熱部材との接触面積を増加させることができるため、高速化及び/または低温定着が可能となる。

[0119]

前記加熱部材表面には、定着画像の光沢の均一性を得るためにゴム及び/または樹脂を付着させることができる。前記ゴム及び/または樹脂は、溶融したトナーとの付着性が低いほうがホットオフセットの発生を防止するとの観点から有利である。通常、溶融したトナーとの付着性が低いゴム及び/または樹脂としては前記溶融したトナーよりも表面エネルギーの低いものがよい。

$[0\ 1\ 2\ 0\]$

具体例としては、フッ化エチレン、フッ化ビニリデン、トリフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン、パーフロロブチルエチルアクリレート、パーフロロヘキシルエチルアクリレート等の含フッ素重合性単量体の単独または複数種の共重合体を用いることができる。また、スチレン、パラクロロスチレン、 $\alpha-$ メチルスチレン等のスチレン類;アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 n-プロピル、アクリル酸 n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2-エ

チルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 n ープロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2 ーエチルヘキシル等のビニル基を有するエステル類;アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類;ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類;ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン類;エチレン、プロピレン、ブタジエン、イソプレン等のオレフィン類との共重合体を用いることができる。

[0121]

さらに、フッ素を含有しない樹脂及び/またはゴムと、上記フッ素含有樹脂及び/またはゴムとのポリマーブレンド等による混合物を用いることもできるし、メチルシリコーン、フェニルシリコーン等からなるシリコーン樹脂類も用いることができる。

[0122]

本発明の画像形成方法に用いる用紙としては、特に制限はないが、さらに画像の高級感を加えるために、JISB0601-94で示される用紙表面の算術平均粗さ $Raは1.0\mu$ m以下であることが好ましい。用紙表面はそのままでもよいが、ポリエステル等の樹脂を表面に塗布した樹脂コート紙が光沢度を得るために好ましい。

なお、上記用紙表面の算術平均粗さRaは、JIS B 0651-76、JI S B 0652-73等の方法により容易に測定することができる。

[0123]

【実施例】

以下本発明のについて、実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例に 何ら限定されるものではない。

なお、以下において、「部」は質量部を意味する。

[0124]

まず、以下の実施例、比較例で使用するトナー、及び現像剤について説明する。下記において、トナーの平均粒径は、コールターカウンター(ベックマンコールター社製:TA2型)を用いて測定した。樹脂粒子、トナー粒子における樹脂

の分子量及び分子量分布は、ゲルパーミエションクロマトグラフィー(東ソー社製:HLC-8120GPC)を用いて測定した。なお、示される重量平均分子量Mw、数平均分子量Mnは、テトラヒドロフランを溶媒にし、スチレンにより換算したものである。また、樹脂粒子、トナー粒子における樹脂のガラス転移点は、示差走査熱量計(島津製作所社製:DSC-50)を用い、昇温速度 3C/分の条件下で測定した。

[0125]

(各種分散液の調製)

- -樹脂粒子分散液(1)の調製-
- ・スチレン 72.8部
- ・アクリル酸n-ブチル 18.2部
- ・アクリル酸 2.0部
- ・ヘキサンジオールアクリレート 0.4部
- ·tertードデシルメルカプタン 6.6部

(以上和光純薬(株)製)

[0126]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR(日本油脂(株)製)1.5 部をイオン交換水150部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さらに10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製)0.3部を溶解したイオン交換水10部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(1)を調製した。

[0127]

この樹脂粒子分散液(1)の一部を80 \mathbb{C} のオーブン中に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、Mw が 30100、Mw/Mn が 4.26、Tg は 52 \mathbb{C} であった。

[0128]

-樹脂粒子分散液(2)の調製-

- ・スチレン 73.3部
- ・アクリル酸n-ブチル 17.2部
- ・アクリル酸 1.2部
- ・ヘキサンジオールアクリレート 0.1部
- ·nードデシルメルカプタン 8.2部

(以上和光純薬(株)製)

[0129]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR(日本油脂(株)製)1.5 部をイオン交換水150部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さらに10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製)0.12部を溶解したイオン交換水10部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(2)を調製した。

[0130]

この樹脂粒子分散液(2)の一部を80Cのオーブン中に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、Mwが26200、<math>Mw/Mnが4.37、Tgは51Cであった。

[0131]

- 樹脂粒子分散液(3)の調製-
- ・スチレン 74.5部
- ・アクリル酸 n ーブチル 16.3部
- ・アクリル酸 1.5部
- ・ヘキサンジオールアクリレート 0.2部
- ・nーデシルメルカプタン 7.5部

(以上和光純薬(株)製)

[0132]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR (日本油脂(株)製) 1.5 部をイオン交換水150部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さ らに10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製) 0.15部を溶解したイオン交換水10部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70 \mathbb{C} になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(3)を調製した。

[0133]

この樹脂粒子分散液(3)の一部を80 \mathbb{C} のオーブン中に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、 \mathbf{Mw} が $\mathbf{35500}$ 、 \mathbf{Mw} \mathbf{Mn} が $\mathbf{6.70}$ 、 \mathbf{Tg} は $\mathbf{54}$ \mathbb{C} であった。

[0134]

- -樹脂粒子分散液(4)の調製-
- ・スチレン 82.66部
- ・アクリル酸 n ブチル 9.2部
- ・アクリル酸 1.3部
- ・ヘキサンジオールアクリレート 0.4部
- ・3-フェニルプロピルメルカプタン 6.5部

(以上和光純薬 (株) 製)

[0135]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR(日本油脂(株)製) 1.5 部をイオン交換水 150 部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さらに 10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製) 0.15 部を溶解したイオン交換水 10 部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が 70 $\mathbb C$ になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(4)を調製した。

[0136]

この樹脂粒子分散液(4)の一部を80 \mathbb{C} のオーブン中に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、 $\mathbf{M}\mathbf{w}$ が $\mathbf{3}$ $\mathbf{1}$ $\mathbf{7}$ $\mathbf{0}$ $\mathbf{0}$ 、 $\mathbf{M}\mathbf{w}$ $\mathbf{/}$ $\mathbf{M}\mathbf{n}$ が $\mathbf{5}$. $\mathbf{1}$ $\mathbf{1}$ 、 $\mathbf{T}\mathbf{g}$ は $\mathbf{5}$ $\mathbf{7}$ \mathbb{C} であった。

[0137]

- 樹脂粒子分散液(5)の調製-
- ・スチレン 78.3部
- ·アクリル酸 n ブチル 12.7部
- ・アクリル酸 1.8部
- ・アジピン酸ジビニル 0.3部
- ・tertードデシルメルカプタン 6.9部

(以上和光純薬(株)製)

[0138]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR(日本油脂(株)製) 1.5 部をイオン交換水 150 部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さらに10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製) 0.36 部を溶解したイオン交換水 10 部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が 70 $^{\circ}$ になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(5)を調製した。

[0139]

この樹脂粒子分散液(5)の一部を80 \mathbb{C} のオーブン中に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、Mw が 29400、Mw/Mn が 5.35、Tg は 55 \mathbb{C} であった。

[0140]

- -樹脂粒子分散液(6)の調製-
- ・スチレン 72.5部
- ・アクリル酸 n ブチル 8.1部
- ・アクリル酸 2.0部
- ・ヘキサンジオールアクリレート 0.4部
- ·tertードデシルメルカプタン 17.0部

(以上和光純薬(株)製)

[0141]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR(日本油脂(株)製) 1.5 部をイオン交換水 150部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さらに 10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製) 0.0 9部を溶解したイオン交換水 10部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が 70 $^{\circ}$ になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(6)を調製した。

[0142]

この樹脂粒子分散液(6)の一部を80 \mathbb{C} のオーブン中に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、Mwが17200、Mw/Mnが8.19、Tgは48 \mathbb{C} であった。

[0143]

- 樹脂粒子分散液(7)の調製-
- ・スチレン 77.4部
- ・アクリル酸 n ブチル 18.1部
- ・アクリル酸 3.0部
- ・ヘキサンジオールアクリレート 0.5部
- ·tertードデシルメルカプタン 1.0部

(以上和光純薬(株)製)

[0144]

以上を混合し溶解した油層と、ニューレックスR(日本油脂(株)製) 1.5 部をイオン交換水 150部に溶解した水層とを、フラスコ中に混合、分散し、さらに 10分間ゆっくりと混合した後、これに過硫酸カリウム(和光純薬(株)製) 6.2 部を溶解したイオン交換水 10部を投入した。窒素置換を十分行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が 70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し樹脂粒子分散液(7)を調製した。

[0145]

この樹脂粒子分散液(7)の一部を80℃のオーブン中に放置して水分を除去

し、残留物の特性を測定したところ、Mwが34200、Mw/Mnが4.38 、Tgは54℃であった。

[0146]

- -着色剤分散液(1)の調製-
- ・フタロシアニン顔料(大日精化(株)製:PV FAST BLUE)100部
- ・アニオン界面活性剤(第一工業製薬(株)社製:ネオゲンRK) 2. 0部
- ・イオン交換水 250部

[0147]

以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤(フタロシアニン顔料)を分散させてなる着色剤分散液(1)を調製した。

[0148]

- -着色剤分散液(2)の調製-
- ・マゼンタ顔料(大日精化(株)製:PR122)80部
- ・アニオン界面活性剤(第一工業製薬(株)社製:ネオゲンRK)1.5部
- ・イオン交換水 200部

[0149]

以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤(マゼンタ顔料)を分散させてなる着色剤分散液(2)を調製した。

[0150]

- -着色剤分散液(3)の調製-
- ・イエロー顔料 (クラリアントジャパン社製:PY180) 60部
- ・アニオン界面活性剤(第一工業製薬(株)社製:ネオゲンRK)2.0部
- ・イオン交換水 250部

[0151]

以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤(イエロー顔料)を分散させてなる着色剤分散液(3)を調製した。



[0152]

- 着色剤分散液(4)の調製-
- ・カーボンブラック (キャボット社製:リーガル330) 50部
- ・アニオン界面活性剤 (第一工業製薬 (株) 社製:ネオゲンRK) 1.0部
- ・イオン交換水 150部

[0153]

以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー (IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤 (カーボンブラック) を分散させてなる着色剤分散液 (4) を調製した。

[0154]

- -離型剤分散液(1)の調製-
- ・ポリエチレンワックス(東洋ペトロライト(株)製:ポリワックス725)80
- ・アニオン界面活性剤(第一工業製薬(株)社製:ネオゲンRK) 1. 0部
- ・イオン交換水 120部

[0155]

以上を混合し、95℃に溶解させた後、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散し、ポリエチレンワックスを分散させてなる離型剤分散液(1)を調製した。

[0156]

- -離型剤分散液(2)の調製-
- ・ステアリン酸ステアリル(日本油脂(株)製)80部
- ・アニオン界面活性剤(第一工業製薬(株)製:ネオゲンRK)1.0部
- ・イオン交換水 120部

[0157]

以上を混合し、85℃に溶解させた後、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散し、ポリエチレンワックスを分散させてなる離型剤分散液(2)を調製した。

[0158]

(静電潜像現像用トナー(1)の作製)

[凝集工程]

- -凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液(1) 238.0部
- ·着色剤分散液(1) 17.5部
- ・離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス (日産化学(株)製:スノーテックスOS) 35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製) 1.3部

[0159]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.3に調整して、加熱用オイルバス中で48℃まで攪拌しながら加熱した。48℃で25分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.0 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を緩やかに59.5部追加し、さらに48℃で25分間、pHを3.3に維持して加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.5 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0160]

「融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.2であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを6.8に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(1)を得た。

得られたトナーの体積平均粒径は5.8 μ m、Mwは29600、Mw/Mnは4.31であった。

$[0 \ 1 \ 6 \ 1]$

得られたトナー粒子(1) 100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製、R972) 2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(1)を得た。

[0162]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは675 c m^{-1} に存在し、吸収強度 P 1 は 1. 22 であった。また、2 番目に大きい吸収ピークは1740 c m^{-1} に存在し、その吸収強度 P 2 は 0. 71 であった。これより、P 1 / P 2 は 1. 72 であった。

[0163]

なお、上記赤外吸収スペクトルの測定は以下の方法で行った。まず、微量のトナー粒子と臭化カリウムを乳鉢中で混合し、その後、加圧成型することにより錠剤を形成した。これを赤外吸収分光光度計(日本分光社製:FT/IR-410)用のセルにセットし、400~4000 c m⁻¹までの波数範囲で吸収スペクトルを測定した。

[0164]

(静電潜像現像剤(1)の作製)

フェライト粒子(パウダーテック社製、体積平均粒径: 50μ m)100部とスチレンーメタクリル酸メチル共重合樹脂(三菱レイヨン社製:BR-52、重量分子量:85000)2. 6部とを、トルエン400部と共に加圧式ニーダーに入れ、常温で15分間攪拌混合した後、減圧混合しながら70℃まで昇温し、トルエンを留去した後冷却し、 105μ mの篩を用いて分粒することにより、フェライトキャリア(樹脂被覆キャリア)を作製した。

[0165]

このフェライトキャリアと、上記静電荷像現像用トナー(1)とを混合し、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電荷像現像剤(1)を作製した。

[0166]

(静電潜像現像用トナー(2)の作製)

「凝集工程]

-凝集粒子の調製―

- · 樹脂粒子分散液 (1) 234.5部
- ·着色剤分散液(2) 21.0部
- ·離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS) 35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製)1.5部

[0167]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のp Hを3.3に調整して、加熱用オイルバス中で48℃まで攪拌しながら加熱した。48℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(1)を緩やかに59.5部追加し、さらに48℃で25分間、p Hを3.3に維持して加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0168]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のp H は 3.3 であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を 0.5 質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、p H を 7.1 に調整した後、攪拌を継続しながら 9 6 $\mathbb C$ まで加熱し、 5 時間保持した。その後、容器内のp H を 約 7 に調整し、反応生成物を 5 過し、 5 0 0 部のイオン交換水で 4 回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(2)を 得た。

[0169]

得られたトナー粒子 (2) の体積平均粒径は 5. 9μ m、M w は 29500、M w / M n は 4. 30 であった。上記トナー粒子 (2) 100 部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R 972) 2 部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー (2) を得た。

[0170]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは674c m^{-1} に存在し、吸収強度P1は1.25であった。また、2番目に大きい吸収ピークは1741c m^{-1} に存在し、その吸収強度P2は0.70であった。これより、P1/P2は1.79であった。

[0171]

(静電潜像現像剤(2)の作製)

静電潜像現像剤(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)の代わりに上記静電潜像現像用トナー(2)を用いた以外は同様にして、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(2)を作製した。

[0172]

(静電潜像現像用トナー(3)の作製)

「凝集工程」

- -凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液(1) 238.00部
- ·着色剤分散液(3) 29.2部
- ·離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 620.8部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製) 1.3部

[0173]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.2に調整して、加熱用オイルバス中で48℃まで攪拌しながら加熱した。48℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.1 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(1)を緩やかに59.5部追加し、さらに48℃で35分間、pHを3.2に維持して加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.6 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0174]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のp Hは3.2であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、p Hを7.0に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のp Hを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(3)を得た。

[0175]

得られたトナー粒子 (3) の平均粒径は 5. 8μ m、Mw は 30000、Mw /Mn は 4 . 37 であった。上記トナー粒子 (3) 100 部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972) 2 部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー (3) を得た。

[0176]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは $675cm^{-1}$ に存在し、吸収強度P1は1.30であった。また、2番目に大きい吸収ピークは $1740cm^{-1}$ に存在し、その吸収強度P2は0.75であった。これより、P1/P2は1.73であった。

[0177]

(静電潜像現像剤(3)の作製)

静電潜像現像剤(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)の代わりに、上記静電潜像現像用トナー(3)を用いた以外は同様にして、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(3)を作製した。

[0178]

(静電潜像現像用トナー(4)の作製)

「凝集工程」

- -凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液 (1) 238.0部
- ·着色剤分散液(5) 17.5部
- ·離型剤粒子分散液(1) 17.5部

- · 水ガラス (日産化学 (株) 製:スノーテックスOS) 35.0部
- ・イオン交換水 620.8部
- ・硫酸アルミニウム (和光純薬 (株) 製) 1. 3部

[0179]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.5に調整して、加熱用オイルバス中で48℃まで攪拌しながら加熱した。48℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.8 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(1)を緩やかに59.5部追加し、さらに48℃で30分間、pHを3.1に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.6 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0180]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.2であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.0に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(4)を得た。

[0181]

得られたトナー粒子 (4) の体積平均粒径は 5. 8μ m、Mw は 29500、Mw/Mn は 4. 33 であった。上記トナー粒子 (4) 100 部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R 972) 2 部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー (4) を得た。

[0182]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは $675cm^{-1}$ に存在し、吸収強度P1は1.27であった。また、2番目に大きい吸収ピークは $1742cm^{-1}$ に存在し、その吸収強度P2は0.72であった。これよ

り、P1/P2は1.76であった。

[0183]

(静電潜像現像剤(4)の作製)

静電潜像現像剤(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)の代わりに、上記静電潜像現像用トナー(4)を用いた以外は同様にして、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(4)を作製した。

[0184]

(静電潜像現像用トナー(5)の作製)

「凝集工程」

- 凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液 (2) 238.0部
- ·着色剤分散液(1) 17.5部
- ・離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス (日産化学 (株) 製:スノーテックスOS) 35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製)1.3部

[0185]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.3に調整して、加熱用オイルバス中で51℃まで攪拌しながら加熱した。51℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.2 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(2)を緩やかに59.5部追加し、さらに51℃で25分間、pHを3.3に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.5 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0186]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.2であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを6.8に

調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(5)を得た。

[0187]

得られたトナー粒子(5)の体積平均粒径は5.8 μ m、Mwは26000、Mw/Mnは4.40であった。上記トナー粒子(5)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(5)を得た。

[0188]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは655c m^{-1} に存在し、吸収強度P1は1.30であった。また、2番目に大きい吸収ピークは1742c m^{-1} に存在し、その吸収強度P2は0.24であった。これより、P1/P2は5.42であった。

[0189]

(静電潜像現像剤(5)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)の 代わりに、上記静電潜像現像用トナー(5)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(5)を作製した。

[0190]

(静電潜像現像用トナー(6)の作製)

[凝集工程]

- -凝集粒子の調製ー
- 樹脂粒子分散液(3) 238.0部
- ·着色剤分散液(1) 17.5部
- ·離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製) 1.3部

[0191]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.3に調整して、加熱用オイルバス中で49℃まで攪拌しながら加熱した。49℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.6 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(3)を緩やかに59.5部追加し、さらに49℃で30分間、pHを3.3に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.0 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0192]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.2であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを6.5に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(6)を得た。

[0193]

得られたトナー粒子(6)の体積平均粒径は6.3 μ m、Mwは35100、Mw/Mnは6.67であった。上記トナー粒子(6)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(6)を得た。

[0194]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは661 c m^{-1} に存在し、吸収強度 P 1 は 1. 3 1 であった。また、2 番目に大きい吸収ピークは1750 c m^{-1} に存在し、その吸収強度 P 2 は 0. 3 3 であった。これより、P 1 \angle P 2 は 3. 9 7 であった。

[0195]

(静電潜像現像剤(6)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)の 代わりに、上記静電潜像現像用トナー(6)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(6)を作製した。

[0196]

(静電潜像現像用トナー(7)の作製)

[凝集工程]

- -凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液 (4) 238.0部
- ·着色剤分散液(1) 17.5部
- ・離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製)1.3部

[0197]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のp Hを3.3に調整して、加熱用オイルバス中で45℃まで攪拌しながら加熱した。45℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.6 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(4)を緩やかに59.5部追加し、さらに45℃で30分間、p Hを3.3に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.9 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0198]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.2であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを6.5に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(7)を

得た。

[0199]

得られたトナー粒子 (7) の体積平均粒径は 6. 3μ m、M w は 3 1 5 0 0、M w / M n は 5. 0 7 であった。上記トナー粒子 (7) 1 0 0 部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R 9 7 2) 2 部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー (7) を得た。

[0200]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは $680cm^{-1}$ に存在し、吸収強度P1は1.21であった。また、2番目に大きい吸収ピークは $1742cm^{-1}$ に存在し、その吸収強度P2は0.30であった。これより、P1/P2は4.03であった。

[0201]

(静電潜像現像剤 (7) の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)の 代わりに、上記静電潜像現像用トナー(7)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(7)を作製した。

[0202]

(静電潜像現像用トナー(8)の作製)

[凝集工程]

- 凝集粒子の調製 -
- 樹脂粒子分散液(1) 238.0部
- · 着色剤分散液(1) 17.5部
- · 離型剤粒子分散液 (2) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・塩化マグネシウム(和光純薬(株)製) 5.0部

[0203]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.3に

調整して、加熱用オイルバス中で52℃まで攪拌しながら加熱した。52℃で50分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.2 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(1)を緩やかに59.5部追加し、さらに52℃で20分間、pHを3.3に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.5 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0204]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.0であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.4に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(8)を得た。

[0205]

得られたトナー粒子(8)の体積平均粒径は6.8 μ m、Mwは29700、Mw/Mnは4.33であった。上記トナー粒子(8)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(8)を得た。

[0206]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは675 c m^{-1} に存在し、吸収強度P1は1.22であった。また、2番目に大きい吸収ピークは1740 c m^{-1} に存在し、その吸収強度P2は0.69であった。これより、P1/P2は1.77であった。

[0207]

(静電潜像現像剤(8)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)代わりに、上記静電潜像現像用トナー(8)を用いた以外は同様にして、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(8)を作製した。

[0208]

(静電潜像現像用トナー(9)の作製)

[凝集工程]

- -凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液 (5) 238.0部
- · 着色剤分散液(1) 17.5部
- ·離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・塩化マグネシウム (和光純薬 (株) 製) 1.5部

[0209]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを2.7に調整して、加熱用オイルバス中で50℃まで攪拌しながら加熱した。50℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(5)を緩やかに59.5部追加し、さらに50℃で30分間、pHを2.7に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.5 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0210]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは2.8であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.0に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(9)を得た。

[0211]

得られたトナー粒子(9)の体積平均粒径は5.7μm、Mwは29200、

Mw/Mnは5.28であった。上記トナー粒子(9)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(9)を得た。

[0212]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは675 c m^{-1} に存在し、吸収強度P1は1. 23であった。また、2番目に大きい吸収ピークは1743 c m^{-1} に存在し、その吸収強度P2は0. 69であった。これより、P1/P2は1. 78であった。

[0213]

(静電潜像現像剤(9)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)代わりに、上記静電潜像現像用トナー(9)を用いた以外は同様にして、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(9)を作製した。

[0214]

(静電潜像現像用トナー(10)の作製)

[凝集工程]

- 凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液 (6) 238.0部
- ·着色剤分散液(1) 17.5部
- ・離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製)1.3部

[0215]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.4に調整して、加熱用オイルバス中で45℃まで攪拌しながら加熱した。45℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.5 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子

分散液(6)を緩やかに59.5部追加し、さらに45℃で30分間、pHを3.4に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0216]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のpHは3.3であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.0に調整した後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱し、4時間保持した。その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(10)を得た。

[0217]

得られたトナー粒子(10)の体積平均粒径は5.7μm、Mwは17000、Mw/Mnは8.38であった。上記トナー粒子(10)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(10)を得た。

[0218]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは675 c m^{-1} に存在し、吸収強度 P 1 は 1. 4 1 であった。また、2 番目に大きい吸収ピークは 1741 c m^{-1} に存在し、その吸収強度 P 2 は 0. 1 3 であった。これより、P 1 / P 2 は 1 0. 8 5 であった。

[0219]

(静電潜像現像剤(10)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)代わりに、上記静電潜像現像用トナー(10)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(10)を作製した。

[0220]

(静電潜像現像用トナー(11)の作製)

[凝集工程]

- -凝集粒子の調製-
- · 樹脂粒子分散液 (7) 238.0部
- · 着色剤分散液(1) 17.5部
- ·離型剤粒子分散液(1) 17.5部
- ・水ガラス(日産化学(株)製:スノーテックスOS)35.0部
- ・イオン交換水 632.5部
- ・硫酸アルミニウム(和光純薬(株)製)1.3部

[0221]

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、容器内のpHを3.3に調整して、加熱用オイルバス中で50℃まで攪拌しながら加熱した。50℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(7)を緩やかに59.5部追加し、さらに50℃で30分間、pHを3.3に維持して加熱攪拌を行った後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.5 μ mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

[0222]

[融合工程]

この凝集粒子分散液のp Hは3. 4であった。そこで水酸化ナトリウム(和光純薬社製)を0.5質量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、p Hを7.0に調整した後、攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、5時間保持した。その後、容器内のp Hを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(11)を得た。

[0223]

得られたトナー粒子(11)の体積平均粒径は5.7μm、Mwは34200、Mw/Mnは4.28であった。上記トナー粒子(11)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(11)を得た。

[0224]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは1741 c m⁻¹に存在し、吸収強度P1は0.77であった。また、2番目に大きい吸収ピークは2980 c m⁻¹に存在し、その吸収強度P2は0.55であった。これより、P1/P2は1.40であった。

[0225]

(静電潜像現像剤(11)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)代わりに、上記静電潜像現像用トナー(11)を用いた以外は同様にして、トナー濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(11)を作製した。

[0226]

(静電潜像現像用トナー(12)の作製)

スチレンアクリル樹脂(綜研化学社製、Mw:32000) 40部に、フタロシアニン顔料(大日精化(株)製:PV FAST BLUE) 30部とポリエチレンワックス(東洋ペトロライト(株)製:ポリワックス725) 30部とを加え、加圧型ニーダーにて溶融混錬し樹脂混合物1を作製した。

[0227]

- -懸濁粒子の調製-
- ・スチレン 189.5部
- ・アクリル酸 n ブチル 41.6部
- ·tert-ラウリルメルカプタン 16.5部
- ・2, 2'-アゾビス-2-メチルバレロニトリル 2. 4部

(以上和光純薬社製)

· 樹脂混合物 1 50部

[0228]

以上を攪拌し溶融させた後、イオン交換水600部に炭酸カルシウム30部を 分散させた水系媒体中に添加し、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させ、平均粒径7.3 μ mの油滴が内部に存在していることを確認した。この分散系を、窒素を流しながら80℃まで加温しそのまま

ページ: 60/

5時間放置し懸濁重合粒子を得た。冷却後、1 N塩酸(和光純薬社製)を滴下しpHを2.2に調整し、1時間放置した。 その後、容器内のpHを約7に調整し、反応生成物をろ過し、500部のイオン交換水で4回洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子(12)を得た。

[0229]

得られたトナー粒子(12)の体積平均粒径は7.5 μ m、Mwは35100、Mw/Mnは7.02であった。上記トナー粒子(12)100部に対して、コロイダルシリカ(日本アエロジル社製:R972)2部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電潜像現像用トナー(12)を得た。

[0230]

このトナーの赤外吸収スペクトルを測定した結果、最大吸収ピークは675 c m^{-1} に存在し、吸収強度 P 1 は 1.30 であった。また、2 番目に大きい吸収ピークは 1743 c m^{-1} に存在し、その吸収強度 P 2 は 0.42 であった。これより、P 1 / P 2 は 3.10 であった。

[0231]

(静電潜像現像剤(12)の作製)

静電潜像現像用トナー(1)の作製において、静電潜像現像用トナー(1)代わりに、上記静電潜像現像用トナー(12)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(12)を作製した。

[0232]

(静電潜像現像剤(13)の作製)

フェライト粒子(パウダーテック社製、体積平均粒径:50μm)100部と、シリコーン樹脂(東レーダウコーニングシリコーン社製:SR411)8.1 部と、をトルエン80部と共に加圧式ニーダーに入れ、常温で15分間攪拌混合した後、減圧混合しながら100℃まで昇温しトルエンを留去した。さらに遅滞なく160℃に昇温し、1時間放置した。その後冷却し、105μmの篩を用いて分粒することにより、フェライトキャリア(樹脂被覆キャリア)を作製した。

[0233]

このフェライトキャリアと、前記静電荷像現像用トナー(1)とを混合し、ト

ナー濃度が7質量%である二成分系の静電荷像現像剤(13)を作製した。

[0234]

(静電潜像現像剤(14)の作製)

静電潜像現像用トナー(13)の作製において、静電潜像現像用トナー(1) 代わりに、上記静電潜像現像用トナー(2)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(14)を作製した。

[0235]

(静電潜像現像剤(15)の作製)

静電潜像現像用トナー(13)の作製において、静電潜像現像用トナー(1) 代わりに、上記静電潜像現像用トナー(3)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(15)を作製した。

[0236]

(静電潜像現像剤(16)の作製)

静電潜像現像用トナー(13)の作製において、静電潜像現像用トナー(1) 代わりに、上記静電潜像現像用トナー(4)を用いた以外は同様にして、トナー 濃度が7質量%である二成分系の静電潜像現像剤(16)を作製した。

[0237]

<実施例1>

複写機(富士ゼロックス社製:Vivace400改造機)を用い、現像剤として静電潜像現像剤(1)を使用し、トナー量が4.0g/m²のソリッド部を形成する様に静電荷像現像剤(1)のトナー帯電量を調整し未定着トナー画像を得た。次いで、100枚画出しを行った後、同様に未定着トナー画像を得た。

得られた初期及び100枚画出し後の未定着トナー画像について、下記のような外部定着ベンチにて定着評価を行った。

[0238]

上記外部定着ベンチの条件は次の通りである。

まず、加熱ロールは、外径40mmの金属ロールの周囲にバイトンゴムを厚さ 1mmで貼り付け、さらにその表面にポリフルオロエチレンーポリ弗化ビニリデ ン共重合体からなるシートを貼り付けることにより作製した。加圧ロールは、前 記バイトンゴムよりも柔らかいバイトンゴムを、外径40mmの金属ロールの周囲に貼り付けることにより作製した。前記加圧ロールと加熱ロールとの接触幅が6mmになるように定着ベンチを調整し、加圧ロールと加熱ロールとの間を通過する用紙の速度が、180mm/秒になるように調整した。また、加熱ロール表面の温度を測定し、設定温度以上になると加熱電源が切れるように調整された発熱ランプを加熱ロールの内部に取り付けた。

以上のような外部定着ベンチを用い、加熱ロール表面が設定温度($160 \, \mathbb{C}$ 、 $180 \, \mathbb{C}$ 、 $200 \, \mathbb{C}$)になった時に、前記未定着トナー画像が形成された用紙を 通過させ、定着試験を行った。

[0239]

設定温度をそれぞれ160 \mathbb{C} 、180 \mathbb{C} 、200 \mathbb{C} として定着試験を行い、それぞれの温度における画像の光沢度を測定した。さらに、180 \mathbb{C} での定着画像における光沢度むらについて目視にて評価を行った。なお、用紙は富士ゼロックス(株)製 \mathbb{J} 紙を使用し、光沢度計は \mathbb{G} \mathbb{M} \mathbb

本実施例で用いたトナーのP1、P2、及びP1/P2を表1に、光沢度及び 目視光沢評価の結果を表2に示す。

[0240]

<実施例2>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(2)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0241]

<実施例3>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(3)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0242]

<実施例4>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(4)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0243]

<実施例5>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(5)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0244]

<実施例6>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(6)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0245]

<実施例7>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(7)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0246]

<実施例8>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(8)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0247]

<実施例9>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(9)を 用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0248]

<実施例10>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(13)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0249]

<実施例11>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(14)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0250]

<実施例12>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(15)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0251]

<実施例13>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(16)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0252]

<実施例14>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(12)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0253]

<比較例1>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(10)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0254]

<比較例2>

実施例1において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(11)を用いた以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0255]

<実施例15>

実施例1において、加圧ロールの代わりにポリイミドフィルムを表面に張ったベルトを用い、該ベルトを介して加熱ロールと対向する側に設けられた加圧パッドにより、加熱ロールと前記ベルト表面のポリイミドフィルムとの接触幅が8mmとなるように固定し、ベルトと加熱ロールとの間を通過する用紙の速度が200mm/秒になるように調整した以外は実施例1と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0256]

<実施例16>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(2)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0257]

<実施例17>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(3)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0258]

<実施例18>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(4)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0259]

<実施例19>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(5)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0260]

<実施例20>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(6)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0261]

<実施例21>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(7)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0262]

<実施例22>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(8)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0263]

<実施例23>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(9)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。 結果を表1及び表2に示す。

[0264]

<実施例24>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(13))を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った 0

結果を表1及び表2に示す。

[0265]

<実施例25>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(14)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った

結果を表1及び表2に示す。

[0266]

<実施例26>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(15)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った

結果を表1及び表2に示す。

[0267]

<実施例27>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(16)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0268]

<実施例28>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(12)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った

結果を表1及び表2に示す。

[0269]

<比較例3>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(10

)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った。

結果を表1及び表2に示す。

[0270]

<比較例4>

実施例15において、静電潜像現像剤(1)の代わりに静電潜像現像剤(11)を用いた以外は実施例15と同様にして定着試験を行い、同様の評価を行った

結果を表1及び表2に示す。

[0271]

【表1】

	トナ−No.	最大吸	収ピーク	二番目の	吸収ピーク	D4 (D0
		波数 (cm ⁻¹)	P1	波数 (cm ⁻¹)	P2	P1/P2
_ 実施例 1	(1)	675	1. 22	1740	0. 71	1. 72
実施例2	(2)	674	1. 25	1741	0. 7	1. 79
実施例3	(3)	675	1. 3	1740	0. 75	1. 73
_実施例 4	(4)	675	1. 27	1742	0. 72	1. 76
実施例5	(5)	655	1. 3	1742	0. 24	5. 42
実施例 6	(6)	661	1. 31	1750	0. 33	3. 97
実施例7	(7)	680	1. 21	1742	0. 3	4. 03
実施例8	(8)	675	1. 22	1740	0. 69	1. 77
実施例9	(9)	675	1. 23	1743	0. 68	1. 81
実施例10	(1)	675	1. 22	1740	0. 71	1. 72
実施例11	(2)	674	1. 25	1741	0. 7	1. 79
実施例12	(3)	675	1. 3	1740	0. 75	1. 73
実施例13	(4)	675	1. 27	1742	0. 72	1. 76
実施例14	(12)	675	1. 3	1743	0. 42	3. 1
実施例15	(1)	675	1. 22	1740	0. 71	1. 72
実施例16	(2)	674	1. 25	1741	0. 7	1. 79
実施例17	(3)	675	1. 3	1740	0. 75	1. 73
実施例18	(4)	675	1. 27	1742	0. 72	1. 76
実施例19	(5)	655	1. 3	1742	0. 24	5. 42
実施例20	(6)	661	1. 31	1750	0. 33	3. 97
実施例21	(7)	680	1. 21	1742	0. 3	4. 03
実施例22	(8)	675	1. 22	1740	0. 69	1. 77
実施例23	(9)	675	1. 23	1743	0. 68	1. 81
実施例24	(1)	675	1. 22	1740	0. 71	1. 72
実施例25	(2)	674	1. 25	1741	0. 7	1. 79
実施例26	(3)	675	1. 3	1740	0. 75	1. 73
実施例27	(4)	675	1. 27	1742	0. 72	1. 76
実施例28	(12)	675	1. 3	1743	0. 42	3. 1
比較例1	(10)	675	1. 41	1741	0. 13	10.8
比較例2	(11)	1741	0. 77	2980	0. 55	1. 4
比較例3	(10)	675	1. 41	1741	0. 13	10.8
比較例4	(11)	1741	0. 77	2980	0. 55	1. 4

[0272]

【表2】

			,			_		,		_	_	_	_	, .			,	_	_					_					_	_			_
目視光沢	100校目	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好			むら発生			
目目	初期	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	むら発生	むら発生	むら発生	むら発生
-G(180)} -G(160)}	100枚目	0.30	0.35	0.24	0.35	0.05	0.10	0.45	0.67	0.45	0.47	0. 26	0.24	0. 25	0.22	0.30	0. 42	0.17	0.16	0. 20	0.04	٠.	0.75	0.55	0. 41	0.08	0.16	0.16	0.63	-0.88	3.00	-0. 57	4. 25
(G (200) — (G (180) —	机期	0.39	0.30	١.	0. 28	0. 10	0.05	0.70	0.75	0.36	0.35	0.19	0. 22	0.18	0. 22	0.37	0. 42	0. 22	0.24	0. 21	0.00	0. 27	0.60	0. 42	0.44	0.18	0. 21	0.16	0.38	-0.75	4.50	-0.83	4.30
-G (180)	100校目	9		5	9	_	2	9	2	5	7	9	9	7	2	9	8	7	3	7	1	7	3	9	7	2	7	3	2	<i>L-</i>	18	-4	17
G (200) —G (180)	初期	7	9	9	5	2	1	7	3	7	9	4	5	3	2	7	8	9	7	7	0	9	3	5	7	4	5	3	3	8-	18	-5	
-G (160)	100枚目	20	50	- 21	11	19	07	11	3	11	15	19	12	16	6	20	19	23	19	50	23	10	4	11	17	24	25	19	8	8	9	2	7
G (180) —G (160)	初期	18	07	12	18	20	20	10	4	11	17	12	53	41	6	61	19	23	17	61	21	22	5	12	16	22	24	19	8	9	4	9	4
(%) (100枚目	48	47	09	43	67	47	38	30	44	49	47	20	44	31	48	46	47	40	49	46	39	30	42	47	46	50	43	31	39	34	39	30
G (200) (%)	初期	51	49	25	45	52	48	41	33	44	50	49	53	45	32	50	48	50	42	50	46	39	31	43	48	48	52	44	31	39	35	40	32
(%)	100枚目	42	40	45	37	48	45	33	28	39	42	42	45	40	29	42	38	43	37	45	45	32	27	36	40	44	46	40	26	46	16	43	<u></u>
G (180) (%)	初期	44	43	46	40	50	47	34	30	40	44	45	48	42	30	43	40	45	38	46	46	33	29	88	41	44	47	41	28	47	17	45	<u>र</u>
(%)	100枚目	22	20	24	20	29	25	22	25	28	27	23	24	24	20	22	19	20	18	22	22	22	23	25	23	2	21	21	<u>~</u>	38	9	36	6
C (160) (%)	初期	56	23	25	22	30	27	24	26	29	27	24	25	25	21	24	21	22	21	27	25	22	24	56	22	22	23	22	20	41	13	39	=
		実施例1		東施例3	束施例4	実施例5	東施例6	実施例 7	東施例8	実施例9	実施例10	-1		実施例13			実施例16		実施例18		実施例20	実施例21	実施例22	案施例23	実施例24	東施例25	実施例26	الم	実施例28	比較例 1		比較例3	比較例4

[0273]

表1に示す結果から、以下のことが明らかである。すなわぢち、実施例1~2

8 で形成された定着画像表面は、比較例 $1 \sim 4$ で形成された定着画像表面に比較して定着温度に対する光沢度の差が小さい。したがって、光沢度の安定性に優れるため、実施例 $1 \sim 2$ 8 で用いたトナーは、高光沢でかつ光沢度むらのない高画質の画像を得ることができるものである。

[0274]

【発明の効果】

本発明によれば、従来において実施が困難であったビニル系単量体を重合して 作製したトナーを用いた場合においても、重合時に特定の化合物を特定量添加さ せることにより、高光沢かつ高画質の画像を、トナーの未定着画像との接触時間 が比較的短い高速定着の条件下でも提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 静電潜像現像用トナー、特に乳化重合法、懸濁重合法を用いて作製されたフルカラートナーに関し、定着時の光沢が高く、かつ被記録体(用紙)内、被記録体間の画像の光沢度差が少なく、定着可能な温度領域の広い高光沢なトナー及び現像剤の提供、高画質で信頼性の高いフルカラー画像を容易にかつ簡便に形成することのできる画像形成方法の提供である。

【解決手段】 波数領域が $400\sim4000\,\mathrm{cm}^{-1}$ の範囲の赤外吸収スペクトルにおいて複数の吸収ピークを示し、該複数の吸収ピークのうち、最大の吸収ピークが $500\sim800\,\mathrm{cm}^{-1}$ の範囲の波数領域に存在し、かつ、該最大の吸収ピークの強度をP1、2番目に大きい吸収ピークの強度をP2としたとき、P1及び P2が一定の関係を満たすことを特徴とする静電潜像現像用トナーである。

【選択図】 なし

特願2002-328091

出願人履歴情報

識別番号

[000005496]

1. 変更年月日 [変更理由]

1996年 5月29日

住所変更

住 所

東京都港区赤坂二丁目17番22号

氏 名

富士ゼロックス株式会社